

**SINTESIS ETIL ESTER DARI MINYAK DEDAK PADI (*Oryza sativa*)  
MENGUNAKAN METODE ULTRASONOKIMIA**



**Skripsi**

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Meraih Gelar  
Sarjana Sains Kimia Jurusan Kimia  
Pada Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Alauddin Makassar

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI  
**ALAUDDIN**  
M A K A S S A R

Oleh:

**RISKAYANTI**  
NIM: 60500112028

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UIN ALAUDDIN MAKASSAR  
2016**

## PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Mahasiswa yang bertanda tangan di bawah ini:

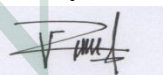
Nama : Riskayanti  
NIM : 60500112028  
Tempat/Tgl.Lahir : Welando/ 19 Maret 1994  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Alamat : Jl. H. M. Yasin Limpo Poros Samata No. 2, Romangpolong.  
Judul : Sintesis Etil Ester dari Minyak Dedak Padi (*Oryza sativa*)  
Menggunakan Metode Ultrasonokimia

Menyatakan dengan sesungguhnya dan penuh kesadaran bahwa skripsi ini benar adalah hasil karya sendiri. Jika di kemudian hari terbukti bahwa skripsi merupakan duplikat, tiruan, plagiat atau dibuat oleh orang lain, sebagian atau seluruhnya, maka skripsi dan gelar yang diperoleh karenanya batal demi hukum.

Samata-Gowa, Agustus 2016

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI  
**ALAUDDIN**  
M A K A S S A R

Penyusun



**Riskayanti**  
**NIM: 60500112028**

## PENGESAHAN SKRIPSI

Skripsi yang berjudul “**Sintesis Etil Ester dari Minyak Dedak Padi (*Oryza sativa*) Menggunakan Metode Ultrasonokimia**”, yang disusun oleh **Riskayanti**, NIM : 60500112028, Mahasiswa Jurusan Kimia pada Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar, telah diuji dan dipertahankan dalam sidang munaqasyah yang diselenggarakan pada Kamis, tanggal 31 Agustus 2016 M, bertepatan dengan 28 Dzulkaidah 1437 H, dinyatakan telah dapat diterima sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana dalam Sains dan Teknologi, Jurusan Kimia (dengan beberapa perbaikan).

Samata-Gowa, 31 Agustus 2016 M.  
28 Dzulkaidah 1437 H.

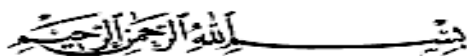
### DEWAN PENGUJI:

Ketua	: Prof. Dr. H. Arifuddin, M.Ag.	(.....)
Sekretaris	: Suriani, S.Si., M.Si.	(.....)
Munaqisy I	: Asriani Ilyas, S.Si., M.Si.	(.....)
Munaqisy II	: Dra. Sitti Chadijah, M.Si.	(.....)
Munaqisy III	: Dr. Muhsin Mahfudz, M.Th.I.	(.....)
Pembimbing I	: Aisyah, S.Si., M.Si.	(.....)
Pembimbing II	: Iin Novianty, S.Si., M.Sc.	(.....)

Diketahui oleh:  
Dekan Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Alauddin Makassar,

**Prof. Dr. H. Arifuddin, M.Ag**  
NIP. 19691205 199303 1 001

## KATA PENGANTAR



*Assalamu Alaikum Warahmatullahi Wabarakatu*

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah Swt. atas limpahan nikmat, rahmat dan hidayah-Nya yang tidak terhingga sehingga penulis masih diberi kesehatan, kesempatan, serta kemampuan untuk menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul **“Sintesis Etil Ester dari Minyak Dedak Padi (*Oryza sativa*) Menggunakan Metode Ultrasonokimia”**. Shalawat dan taslim tak lupa pula penulis panjatkan kepada baginda Rasulullah Saw.yang telah membawa umatnya dari alam yang gelap gulita di masa kejahiliyahan zaman dulu menuju masa peradaban yang terang benderang.

Terima kasih yang tak terhingga penulis haturkan kepada pihak-pihak yang telah memberikan bantuan dalam penulisan skripsi ini, terutama untuk orang tua tercinta yaitu ibu Daharna dan ayah Alm. Muh.Tawil yang telah mendidik, mendukung dan mendoakan setiap langkah ananda dalam menyelesaikan pendidikan dan ucapan terima kasih pula kepada saudara-saudaraku yang telah memberi dukungan dan motivasi. Serta pihak-pihak yang telah memberi dukungan moral maupun spiritual. Adapun pihak-pihak tersebut antara lain:

1. Prof. Dr. H. Musafir Pababbari, M.Si, selaku rektor UIN Alauddin Makassar.
2. Prof. Dr. Arifuddin Ahmad, M.Ag, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar.
3. Sjamsiah, S.Si., M.Si., Ph.D selaku ketua jurusan kimia fakultas sains dan teknologi UIN Alauddin Makassar.

4. Aisyah, S.Si., M.Si selaku Sekertaris Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar dan pembimbing pertama yang telah mengajarkan ilmunya dan meluangkan waktunya untuk memberi bimbingan serta saran dan bantuan mulai dari perencanaan penelitian hingga penelitian ini selesai.
5. Iin Novianty, S.Si., M.Sc selaku pembimbing kedua yang telah mengajarkan ilmunya dan meluangkan waktunya untuk memberi bimbingan dan pengajaran dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. Asriani Ilyas, S.Si., M.Si selaku dosen penguji pertama, yang telah menguji dan memberi saran serta motivasi dalam menyelesaikan skripsi ini.
7. Dra. Sitti Chadijah, M.Si selaku dosen penguji kedua, yang telah menguji dan memberi saran serta motivasi dalam menyelesaikan skripsi ini.
8. Ir. Muhsin Mahfudz, M.,Th.I selaku penguji ketiga yang telah menguji dan memberi saran serta motivasi dalam menyelesaikan skripsi ini.
9. Seluruh staf pengajar Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar, khususnya dosen jurusan kimia yang telah memberikan ilmunya selama perkuliahan.
10. Segenap laboran, Nuraini, S.Si, Fitria Azis, S.Si, S.Pd, Andi Nurahma, S.Si, Ismawanti, S.Si, Ahmad Yani, S.Si dan Awaluddin Iwan Perdana, S.Si yang telah membantu dalam menyelesaikan penelitian ini hingga selesai tepat pada waktunya.
11. Bapak Faisal dari laboratorium Forensik Makassar dan ibu Tini selaku laboran di laboratorium Terpadu MIPA yang telah membantu menyelesaikan penelitian.

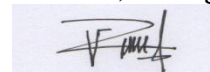
12. Kak Ira yang telah membantu dalam segala hal persuratan.
13. Yahya Prasetyo yang selalu memberi semangat dan motivasi selama penyusunan skripsi dan yang terkhusus kelima teman saya (Siti Fauziah, Yuliana, Nurul Khaerah, Asriani dan Ayu Astuti) yang selalu menemani hingga penyusunan skripsi selesai.
14. Teman-teman khususnya kimia angkatan 2012 yang selama ini bersama-sama menjalankan kuliah, yang selalu memberi dukungan dan memberikan motivasi.
15. Adik-adik angkatan 2015-2013 yang telah memberi semangat dalam menyelesaikan penyusunan skripsi.

Semoga apa yang telah diberikan dibalas oleh Allah SWT didunia dan diakhirat kelak karena telah membantu penulis dari awal hingga akhir penyelesaian skripsi.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih terdapat banyak kekurangandan masih jauh dari kesempurnaan, untuk itu penulis menerima dengan tangan terbuka atas segala saran dan masukan yang bersifat konstruktif dari semua pihak demi perbaikan penelitian ini ke depannya. Akhirnya, semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya, Amin Ya Robbal ‘alamiin.

*Wassalamu’alaikumWarahmatullahi Wabarakatu.*

Samata - Gowa, 31 Agustus 2016



**Riskayanti**  
**NIM: 60500112028**

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN SAMPUL</b> .....	i
<b>PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI</b> .....	ii
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	iv-vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii-ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xii
<b>ABSTRAK</b> .....	xiii-xiv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1-7
A. Latar Belakang .....	1
B. Rumusan Masalah .....	6
C. Tujuan Penelitian .....	6
D. Manfaat Penelitian .....	7
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	8-26
A. Biodiesel .....	8
B. Minyak Nabati.....	10
C. Minyak Dedak Padi.....	12
D. Reaksi Esterifikasi dan Transesterifikasi.....	16
E. Ultrasonokimia.....	21
F. Analisis Gugus Fungsi dan Komponen.....	22
1. Identifikasi gugus fungsi dengan spektroskopi infrared (IR) .....	22

2. Identifikasi komponen dengan (GC-MS) .....	23
3. Identifikasi Densitas .....	24
4. Identifikasi Viskositas .....	24
5. Identifikasi titik nyala.....	26
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>27-</b>
35	
A. Waktu dan Tempat .....	27
B. Alat dan Bahan .....	27
1. Alat .....	27
2. Bahan .....	27
C. Prosedur Kerja.....	28
1. Preparasi Sampel.....	28
2. Nilai Konversi Biodiesel (Sintesis Biodiesel).....	28
a. Analisis bilangan asam.....	28
1). Standarisasi KOH .....	28
2). Angka asam.....	29
b. Esterifikasi .....	30
c. Netralisasi .....	30
d. Pembuatan biodiesel/Transesterifikasi .....	30
e. Pemurnian biodiesel.....	31
3. Analisis FTIR dan GCMS .....	32
a. Identifikasi Menggunakan FTIR .....	32
b. Identifikasi Menggunakan GCMS .....	32
1). Preparasi Sampel.....	32



2). Analisis dengan GCMS.....	32
4. Karakteristik Biodiesel.....	33
a. Penentuan kerapatan dan bobot jenis .....	33
b. Penentuan viskositas .....	34
c. Uji nyala/ Titik nyala .....	35
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>36-51</b>
A. Hasil Pengamatan.....	36
B. Pembahasan.....	40
<b>BAB V PENUTUP.....</b>	<b>52</b>
A. Kesimpulan .....	52
B. Saran.....	52
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>53-55</b>
<b>LAMPIRAN-LAMPIRAN .....</b>	<b>56-90</b>
<b>RIWAYAT HIDUP.....</b>	<b>91</b>



## DAFTAR TABEL

	Halaman
<b>Tabel 2.1</b> Sumber Bahan Baku Biodiesel.....	9
<b>Tabel 2.2</b> Karakteristik Minyak Dedak Padi .....	14
<b>Tabel 2.3</b> Komposisi Minyak Mentah Dedak Padi .....	15
<b>Tabel 2.4</b> Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Dedak.....	15
<b>Tabel 4.1</b> Nilai Konversi Minyak Dedak Padi menjadi Ester Asam Lemak dari Beberapa Variasi Waktu.....	36
<b>Tabel 4.2</b> Nilai Serapan dari Vibrasi Regangan Gugus-Gugus Fungsi Senyawa Etil Ester Variasi Waktu 45, 60 dan 75 Menit .....	37
<b>Tabel 4.3</b> Nilai Waktu Retensi dan Luas Puncak Tiap Komponen Biodiesel Variasi 45, 60 dan 75 Menit.....	38
<b>Tabel 4.4</b> Pola Fragmentasi Masing-Masing Komponen Biodiesel Hasil Analisis GCMS.....	39
<b>Tabel 4.5</b> Uji Densitas Biodiesel .....	39
<b>Tabel 4.6</b> Uji Viskositas Biodiesel .....	40
<b>Tabel 4.7</b> Uji Uji Titik Nyala Biodiesel .....	40

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
<b>Gambar 2.1</b> Struktur Triglicerida.....	10
<b>Gambar 2.2</b> Padi dan Dedak Padi.....	12
<b>Gambar 2.3</b> Reaksi Esterifikasi .....	16
<b>Gambar 2.4</b> Mekanisme Reaksi Esterifikasi dari Katalis Asam.....	17
<b>Gambar 2.5</b> Mekanisme Reaksi Transesterifikasi dalam Katalis Basa .....	19
<b>Gambar 2.6</b> Tahap Reaksi Transesterifikasi.....	20
<b>Gambar 2.7</b> Alat Ultrasonokimia.....	21
<b>Gambar 4.1</b> Spektrum FTIR Biodiesel 60 Menit .....	45
<b>Gambar 4.2</b> Fragmentasi Etil Palmitat Hasil Identifikasi GCMS .....	47
<b>Gambar 4.3</b> Hasil Pelepasan Ion Molekul Etil Palmitat.....	48
<b>Gambar 4.4</b> Fragmentasi Etil Stearat Hasil Identifikasi GCMS.....	48
<b>Gambar 4.5</b> Hasil Pelepasan Ion Molekul Etil Stearat.....	49

ALAUDDIN

M A K A S S A R

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
<b>Lampiran 1</b> Bagan Alir Penelitian.....	56
<b>Lampiran 2</b> Bagan Prosedur Kerja.....	57-62
<b>Lampiran 3</b> Perhitungan.....	63-71
<b>Lampiran 4</b> Tabel Persyaratan Kualitas Biodiesel menurut SNI-04-7182-2006....	72
<b>Lampiran 5</b> Tahap Pengerjaan Penelitian Sintesis Biodiesel.....	73-81
<b>Lampiran 6.</b> Analisis Biodiesel dengan FTIR.....	82-83
<b>Lampiran 7.</b> Analisis Biodiesel dengan GCMS.....	84
<b>Lampiran 8.</b> Kromatogram.....	85-86
<b>Lampiran 9.</b> Persen Volume Kromatogram.....	87-88
<b>Lampiran 10.</b> Uji Karakteristik Biodiesel.....	89-90

## ABSTRAK

**Nama : Riskayanti**

**NIM : 60500112028**

**Judul : Sintesis Etil Ester dari Minyak Dedak Padi (*Oryza sativa*) Menggunakan Metode Ultrasonokimia**

---

Indonesia sebagai penghasil gabah terbesar ketiga di dunia, memproduksi dedak dalam jumlah besar. Kandungan asam lemak bebas (*Free Fatty Acid / FFA*) yang tinggi dalam minyak dedak padi menyebabkan minyak dedak padi dapat dikonversi menjadi *Fatty Acid ethyl Ester* (biodiesel) dengan metode esterifikasi dan transesterifikasi. Minyak dedak padi, diperoleh melalui ekstraksi dedak padi menggunakan n-heksana. Pada proses esterifikasi minyak dedak ditambahkan katalis HCl. Proses transesterifikasi mengkonversi trigliserida menjadi etil ester (biodiesel) dengan penambahan KOH sebagai penetral dan katalis.

Rasio perbandingan minyak dan etanol adalah 1:6 dan penggunaan katalis KOH sebesar 0,5% yang direaksikan menggunakan perangkat ultrasonik 47 kHz dengan variasi waktu 45, 60 dan 75 menit. Nilai konversi biodiesel yang diperoleh masing-masing 49,23%; 70,55% dan 52,04%. Produk biodiesel yang diperoleh dianalisis spektrumnya dengan menggunakan instrumen FTIR dan GCMS. Densitas, viskositas dan titik nyala juga diukur. Analisis FTIR pada semua variasi terlihat hampir sama, di mana produk etil ester ditandai dengan pita-pita khas pada frekuensi tertentu seperti regang-C=O; -C-O; -C-H ( $sp^3$ ) dan =C-H ( $sp^2$ ). Berdasarkan data spektrum GCMS, komponen produk biodiesel adalah etil palmitat, etil linoleat, etil stearat dan etil oleat. Konsentrasi tertinggi adalah etil oleat pada semua variasi waktu reaksi. Densitas tertinggi sebesar 0,858 g/cm<sup>3</sup> pada waktu reaksi 75 menit, viskositas tertinggi sebesar 1,97 p pada waktu reaksi 60 menit dan titik nyala tertinggi sebesar 168°C pada waktu reaksi 75 menit.

**Kata kunci:** Biodiesel, Esterifikasi, Transesterifikasi, Ultrasonik, Minyak Dedak Padi

## ABSTRACT

**Name : Riskayanti**  
**NIM : 60500112028**  
**Title : Synthesis of Ethyl Ester from Rice Bran Oil (*Oryza sativa*) Using the Ultrasonic Method**

---

Indonesia as the third largest grain producer in the world, produces large amounts of bran. High Free Fatty Acid (FFA) content in rice bran oil causes it can be converted into the fatty acid ethyl esters (biodiesel) by esterification and transesterification methods. The rice bran oil, is obtained by rice bran extraction using n-hexane. The process of esterification occurs by the catalysis of HCl. The transesterification process to convert triglycerides into ethyl esters (biodiesel) with the addition of KOH as a neutralizer and a catalyst.

Oil and ethanol by ratio of 1:6 using 0,5% as KOH is the catalyst were reacted by utilizing 47 kHz ultrasonic wave for 45, 60 and 75 minutes. Biodiesel conversion value obtained were 49,23%; 70,55% and 52,04% respectively. Biodiesel product spectrum was analyzed using FTIR and GCMS instrument. The density, viscosity and flash point is also measured. FTIR analysis on all variations give similar data spectrum, where the ethyl ester products are characterized by typical bands at specific frequencies such as  $\text{-C=O}$ ;  $\text{-C-C}$ ;  $\text{-C-H (sp}^3\text{)}$  and  $\text{=C-H (sp}^2\text{)}$  stretch. Based on the data from GCMS spectrum, the product components are ethyl palmitate, ethyl linoleate, ethylstearate and ethyl oleate. The highest concentration is ethyl oleic on all variations of reaction time. The highest density is  $0.858 \text{ g / cm}^3$  from reaction time of 75 minutes, the highest viscosity is 1.97 p from reaction time of 60 minutes and the highest flash point is  $168^\circ\text{C}$  from reaction time of 75 minutes.

**Keywords:** Biodiesel, Esterification, Transesterification, Ultrasonic, Rice Bran Oil.

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### ***A. Latar Belakang***

Kebutuhan energi terus meningkat seiring dengan pertumbuhan penduduk, pengembangan wilayah dan pembangunan dari tahun ke tahun. Kebutuhan akan pemenuhan energi disemua sektor pengguna energi secara nasional juga semakin besar. Sumber energi utama yang digunakan saat ini sebagian besar bersumber dari fosil dan sumber daya tak terbarukan, seperti minyak bumi dan batubara. Namun, tidak selamanya energi tersebut dapat mencukupi seluruh kebutuhan dalam jangka panjang. Cadangan energi tak terbarukan semakin lama semakin menipis sementara proses pembentukannya di alam membutuhkan waktu jutaan tahun.

Indonesia dikenal dunia memiliki sumber daya alam yang melimpah, terutama minyak bumi khususnya bahan bakar minyak (BBM). Hal ini yang menjadikan Indonesia memanfaatkan sumber daya alam tersebut dalam jumlah yang besar untuk kesejahteraan masyarakatnya. Indonesia termasuk salah satu negara pengimpor minyak di dunia. Oleh karena itu dikhawatirkan eksploitasi berlebihan berdampak kepada ketersediaan sumber daya alam tersebut di masa depan.

Pemerintah Indonesia mendukung penciptaan dan pemanfaatan sumber energi baru dan terbarukan melalui Perpres No. 5 Tahun 2006 tentang Kebijakan Energi Nasional dan Permen ESDM No. 32 Tahun 2008 tentang Penyediaan, Pemanfaatan dan Tata Niaga Bahan Bakar Nabati sebagai Bahan Bakar Lain. Pemerintah berupaya mengembangkan energi yang bisa memenuhi kebutuhan masyarakat secara murah dan terjangkau.

Bahan bakar alternatif untuk substitusi BBM diperlukan untuk mengatasi keterbatasan kapasitas energi dalam negeri. Pemanfaatan sumber energi terbarukan menjadi solusi pemenuhan kebutuhan energi yang semakin lama semakin besar di masa mendatang. Sumber daya energi terbarukan memiliki keunggulan, yakni dapat diproduksi dalam waktu relatif tidak lama dibandingkan dengan sumber energi tak terbarukan. Namun, sumber daya terbarukan selama ini belum dimanfaatkan secara optimal di Indonesia. Salah satu bahan bakar alternatif adalah biodiesel yang dihasilkan dari biomassa (bahan hayati).

Biodiesel dapat dijadikan bahan bakar alternatif mesin diesel dan pembangkit tenaga listrik yang ramah lingkungan karena diproduksi dari minyak nabati. Biodiesel memberikan lebih sedikit polusi dibandingkan bahan bakar petroleum. Selain itu, biodiesel dapat digunakan tanpa modifikasi ulang mesin diesel (Mardiah, dkk., 2006: 1). Biodiesel tidak mempunyai efek terhadap kesehatan dan dapat menurunkan emisi gas buangan bila dibandingkan dengan minyak diesel.

Biodiesel terbuat dari minyak nabati yang berasal dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui. Komoditas yang berpotensi sebagai bahan baku pembuat biodiesel antara lain kelapa sawit, kedelai, jarak pagar, minyak kelapa, alpukat dan beberapa jenis tumbuhan lainnya.

Negara-negara maju seperti Amerika Serikat menggunakan jagung sebagai bahan bakar nabati sedangkan Brasil memanfaatkan tebu, kedelai dan jarak sebagai bahan bakar (Sadewo, 2012: 19). Di Indonesia sendiri, komoditas yang sudah dikembangkan untuk produksi biodiesel adalah jarak pagar dan minyak sawit.



Minyak-minyak nabati dari tumbuhan tersebut merupakan anugrah dari Allah Swt sebagaimana minyak zaitun yang berasal dari pohon zaitun, yang dijelaskan manfaatnya oleh Allah dalam QS. Al-Mu'minun/23: 20 yang berbunyi:

وَشَجَرَةً تَخْرُجُ مِنْ طُورِ سَيْنَاءَ تَنْبُتُ بِالدُّهْنِ وَصِبْغٍ لِلْأَكْلِينَ ﴿٢٠﴾

Terjemahnya:

“Dan (Kami tumbuhkan) pohon (zaitun) yang tumbuh dari Gunung Sinai, yang menghasilkan minyak, dan bahan pembangkit selera bagi orang-orang yang makan” (Kementrian Agama RI, 2012: 343).

Allah menjelaskan tumbuhan zaitun dapat menghasilkan minyak. Firman Allah, تَنْبُتُ بِالدُّهْنِ “Yang menghasilkan minyak”, atau dapat diartikan tumbuhan zaitun itu mengeluarkan minyak atau dihasilkan darinya minyak, sedangkan firman Allah لِلْأَكْلِينَ “Bagi orang-orang yang makan,” Maksudnya adalah bahwapada pohon zaitun tersebut terdapat sesuatu yang dapat dimanfaatkan berupa minyak dan bumbu makanan (Tafsir Ibnu Katsir) (Al-Mubarak, 2006: 246).

Bagian dari tanda kekuasaan Allah Swt yakni dengan menggali potensi-potensi sumber daya alam minyak nabati menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat. Minyak nabati umumnya diolah sebagai bahan pangan seperti minyak zaitun, minyak kelapa sawit, minyak jagung, minyak kedelai dan lain-lain. Namun, minyak-minyak inipun diketahui dapat diolah menjadi biodiesel.

Biodiesel dapat pula dibuat dengan memanfaatkan limbah dedak padi. Sebagai negara penghasil gabah terbesar, Indonesia dapat mensuplai minyak dedak padi, sehingga produksi biodiesel dari minyak dedak amatlah menjanjikan. Selama ini sebagian besar dedak padi hanya menjadi limbah dan belum dimanfaatkan. Padahal

dedak padi mengandung 6%-22% minyak tergantung varietas dan metode pemeraman(Purtawan, 2006: 682).

Minyak yang diekstrak dari dedak dapat memiliki keasaman rendah atau tinggi. Keasaman tersebut tergantung pada kondisi dan durasi penyimpanan. Semakin lama waktu penyimpanan kandungan asam lemak bebas (FFA) semakin tinggi. Peningkatan asam lemak bebas secara cepat terjadi karena adanya enzim lipase yang aktif dalam dedak padi setelah proses penggilingan padi. Asam lemak bebas tersebut dapat dikonversi menjadi biodiesel (metil ester) dengan esterifikasi menggunakan alkohol (Özgüç dan Türkay, 1993: 145).

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Annas Puspita Sari, minyak dedak padi dan metanol dengan perbandingan 1 : 3,65 (perbandingan berat) dengan katalis HCl dapat dikonversi menjadi biodiesel sebesar 100 mL. Kecepatan pengadukan diatur pada skala 4 dan variabel berubahnya adalah konsentrasi katalis HCl (0,5; 1; 1,5; 2; 2,5) dan suhu reaksi (40, 50, 60°C). Data uji yang diperoleh adalah data kinetika reaksi esterifikasi. Semakin tinggi suhu maka diperoleh harga k (konstanta reaksi) semakin naik dan semakin besar jumlah katalis yang digunakan harga k pun semakin besar. Harga k paling tinggi diperoleh pada konsentrasi HCl 2,5 dan suhu reaksi 60°C sebesar 0,018.

Rachmaniah melakukan studi kinetika transesterifikasi dengan katalis asam (HCl) pada minyak dedak padi menjadi biodiesel. Perbandingan molar minyak terhadap metanol adalah 1:20, sedangkan katalis yang digunakan adalah HCl 5% pada suhu  $70 \pm 0,1^\circ\text{C}$ . Hasil penelitian menunjukkan bahwa adanya FFA sebesar 15-70% memberikan konversi sebesar 85-98% sedangkan kandungan sebesar 3-10% menghasilkan konversi sebesar 25-70%. Ini menunjukkan bahwa laju esterifikasi

FFA yang tinggi lebih cepat daripada laju transesterifikasi minyak dengan FFA yang rendah.

Berdasarkan hasil penelitian di atas dapat disimpulkan bahwa metode yang dipilih pada produksi biodiesel bergantung pada kandungan FFA. Bila minyak tanaman mengandung FFA tinggi dilakukan dua jenis proses yaitu esterifikasi dan transesterifikasi, sedangkan untuk minyak yang kandungan FFAnya rendah hanya dilakukan proses transesterifikasi. Proses esterifikasi dan transesterifikasi ini bertujuan untuk mengubah asam lemak bebas dan trigliserida dalam minyak menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol.

Ada beberapa permasalahan yang dihadapi pada pembuatan biodiesel dengan metode konvensional. Pertama waktu reaksi yang terlalu lama, menurut penelitian Putri pada tahun 2012, pembuatan biodiesel dengan waktu reaksi 60 menit menggunakan metode konvensional memperoleh nilai konversi sebesar 20% sedangkan yang menggunakan metode gelombang ultrasonik sebesar 90% (Putri, 2012: 23). Kedua pemakaian katalis berlebih. Bila dibandingkan penelitian Putri dan Hikmah maka dapat terlihat bahwa dengan menggunakan gelombang ultrasonik dengan katalis 1% menghasilkan konversi sebesar 90% sedangkan penelitian dengan menggunakan metode konvensional dihasilkan konversi sebesar 50% (Hikmah, 2010: 25). Ketiga pengaruh pemanasan. Dengan menggunakan gelombang ultrasonik waktu pemanasan lebih cepat dibanding dengan waktu pemanasan secara konvensional, hal ini disebabkan karena adanya efek kavitasi yang dihasilkan oleh gelombang ultrasonik sehingga mempercepat waktu pemanasan maupun waktu reaksi (Putri, 2012: 23).

Salah satu teknik yang dapat digunakan dalam pembuatan biodiesel yaitu menggunakan gelombang ultrasonik. Metode ini mampu mengatasi masalah yang dihadapi pada metode konvensional. Selain itu metode ini tidak membutuhkan pemanasan dengan katalis yang banyak sehingga dapat menekan biaya produksi biodiesel (Haas, 2005: 1089). Berdasarkan latar belakang diatas, peneliti akan memanfaatkan metode ultrasonokimia untuk mengkonversi minyak dedak padi menjadi biodiesel disertai dengan pemilihan perbandingan minyak dan alkohol pada mol ekuivalen 1:6.

### **B. Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dari penelitian ini yaitu:

1. Berapa nilai konversi etil ester dari variasi waktu reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menggunakan alat ultrasonik?
2. Apa saja komponen-komponen ester yang terkandung dalam produk biodiesel?
3. Berapa konsentrasi dari masing-masing komponen etil ester yang dihasilkan?
4. Berapa densitas, viskositas dan titik nyala produk biodiesel dari minyak dedak padi?

### **C. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Mengetahui nilai konversi etil ester dari variasi waktu reaksi transesterifikasi minyak dedak padi menggunakan alat ultrasonik.
2. Menentukan apa saja komponen-komponen ester yang terkandung dalam produk biodiesel.

3. Menentukan berapa konsentrasi dari masing-masing komponen etil ester yang dihasilkan.
4. Menentukan berapa densitas, viskositas dan titik nyala produk biodiesel dari minyak dedak padi.

**D. *Manfaat Penelitian***

Manfaat dari penelitian ini yaitu:

1. Memberi informasi kepada masyarakat bahwa limbah dedak padi dapat diolah menjadi biodiesel.
2. Memberi informasi kepada mahasiswa bahwa pembuatan biodiesel dapat diperbaharui untuk mengurangi ketergantungan terhadap bahan bakar fosil.
3. Dapat dijadikan sebagai referensi untuk penelitian selanjutnya.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### **A. Biodiesel**

Biodiesel merupakan bahan bakar yang terdiri dari campuran *mono-alkyl* ester dari rantai panjang asam lemak. Biodiesel dipakai sebagai alternatif bagi bahan bakar untuk mesin diesel. Biodiesel merupakan solusi yang paling tepat untuk menggantikan bahan bakar fosil sebagai sumber energi transportasi utama dunia, karena biodiesel merupakan bahan bakar yang dapat diperbaharui dan dapat menggantikan solar tanpa memerlukan modifikasi mesin lebih lanjut (Manurung, 2007: 39).

Biodiesel yang berasal dari minyak tumbuhan sebagai pengganti bahan bakar memiliki beberapa keuntungan, diantaranya angka setana yang lebih tinggi, ramah lingkungan, dapat terurai, tingkat emisinya yang meliputi HC, CO, dan SO lebih rendah, *flash point* nya tinggi serta kemampuan pelumasannya sangat baik, meskipun masih diproduksi dengan jalan yang tidak ramah lingkungan. Pembuatan biodiesel dengan memanfaatkan tumbuhan telah dilakukan pertama kali oleh Dr. Rudolf Christian Karl Diesel pada tahun 1895 dengan menggunakan mesin kompresi (Sadewo, 2012: 9). Negara-negara di Asia dan di Eropa mulai mengembangkan biodiesel akibat meningkatnya kebutuhan bahan bakar.

Negara-negara maju di Asia seperti Cina menggunakan biometana (biogas) sebagai pengganti bahan bakar. Biometana dibuat dengan memanfaatkan limbah hewan dan limbah pertanian sebagai bahan utama. Thailand menggunakan limbah sekam padi sebagai bahan bakar untuk pembangkit listrik. Selain itu, Thailand memanfaatkan lignoselulosa yang diubah menjadi etanol, lignoselulosa yang digunakan diantaranya seperti jerami, ampas tebu, tongkol jagung dan serpihan

kayu. Laos memanfaatkan tanaman jarak pagar dan minyak sawit sebagai pengganti biodiesel (Buku Panduan Biomassa Asia: 197-242).

Perkembangan biodiesel di negara Eropa berawal pada tahun 1990. Negara yang memproduksi biodiesel diantaranya yaitu Jerman dan Prancis. Kedua negara ini mengembangkan biodiesel dengan cara yang berbeda. Prancis mengembangkan biodiesel dengan melakukan pencampuran dengan petroleum diesel, sementara Jerman memperkenalkan biodiesel murni tanpa adanya campuran (Sadewo, 2012: 19). Amerika Serikat melakukan perkembangan biodiesel dengan memanfaatkan minyak kedelai (Sadewo, 2012: 21).

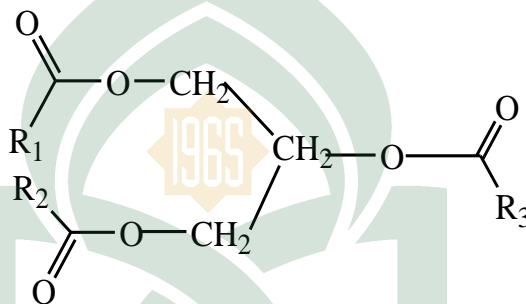
Indonesia merupakan negara kedua penghasil minyak kelapa sawit, oleh sebab itu Indonesia mengembangkan biodiesel dengan memanfaatkan kelapa sawit. Selain kelapa sawit, Indonesia juga mengembangkan biodiesel dengan tanaman jarak pagar dan kelapa, sedangkan pengembangan bioetanol menggunakan singkong, tebu, jagung, sagu, gula aren (Buku Panduan Biomassa Asia: 202). Sumber bahan baku biodiesel lain dapat dilihat pada Tabel 2.1:

**Tabel 2.1 Sumber Bahan Baku Biodiesel**

<b>Kelompok</b>	<b>Sumber minyak</b>
Minyak tumbuhan	Kelapa, jagung, biji kapas, kanola, zaitun, kacang, <i>safflower</i> , wijen, kedelai, bunga matahari.
Minyak kacang-kacangan	Almon, <i>cashew</i> , <i>hazelnut</i> , macadamia, pecan, pistachio, walnut
Beberapa minyak masak	Amaranth, aprikot, argan, <i>articoke</i> , alpukat, babassu, biji anggur, hemp, biji kapok, biji lemon, mustard
Minyak lainnya	Alga, jarak, jojoba, neem, biji karet, <i>Cynaracardunculus</i> L., <i>castor</i> , <i>radish</i> , dan dedak padi

## B. Minyak Nabati

Bahan baku biodiesel adalah minyak nabati. Minyak nabati bisa diperoleh dari ekstraksi biji-bijian dari tumbuhan atau bagian-bagian tumbuhan yang menghasilkan minyak. Selain itu, bahan bakar biodiesel juga bisa diperoleh dari minyak hewani walaupun penggunaannya kurang populer dibandingkan minyak nabati. Minyak nabati tersusun atas trigliserida dengan struktur sebagai berikut:



Gambar. 2.1 Struktur Trigliserida

Trigliserida banyak terkandung didalam minyak dan lemak. Asam lemak yang terdapat dalam minyak nabati terdiri dari gliserida-gliserida asam lemak. Akibat proses pemanasan dan terjadinya proses hidrolisis maka asam lemak akan terpisah menjadi trigliserida, digliserida, monogliserida (Widyanti, 2011: 19). Minyak dikatakan trigliserida karena lemak membentuk ester dari tiga molekul asam lemak yang terikat pada molekul gliserol atau triester dari asam lemak dan gliserol. Trigliserida dapat dibedakan melalui tingkat kejenuhan dan ketidak jenuhan berdasarkan titik lelehnya (Natsir, 2013: 147).

Minyak nabati yang diperoleh dari tumbuh-tumbuhan. Salah satu tanaman yang dapat menghasilkan minyak yaitu pohon zaitun. Allah Swt menjelaskan pohon zaitun ini dalam QS. An-Nur/24: 35 yang berbunyi:



﴿اللَّهُ نُورُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ ۚ مَثَلُ نُورِهِ كَمِشْكَاةٍ فِيهَا مِصْبَاحٌ ۚ الْمِصْبَاحُ فِي زُجَاجَةٍ ۚ الزُّجَاجَةُ كَأَنَّهَا كَوْكَبٌ دُرِّيٌّ يُوقَدُ مِنْ شَجَرَةٍ مُبْرَكَةٍ زَيْتُونَةٍ لَا شَرْقِيَّةٍ وَلَا غَرْبِيَّةٍ يَكَادُ زَيْتُهَا يُضِيءُ وَلَوْ لَمْ تَمْسَسْهُ نَارٌ ۚ نُورٌ عَلَى نُورٍ ۚ يَهْدِي اللَّهُ لِنُورِهِ مَن يَشَاءُ ۚ وَيَضْرِبُ اللَّهُ الْأَمْثَلَ لِلنَّاسِ ۚ وَاللَّهُ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ﴾

Terjemahnya:

“Allah (Pemberi) cahaya (kepada) langit dan bumi. perumpamaan cahaya-Nya, seperti sebuah lubang yang tidak tembus, yang di dalamnya ada pelita besar. Pelita itu di dalam kaca (dan) tabung kaca itu bagaikan bintang yang bercahaya seperti mutiara, yang dinyalakan dengan minyak dari pohon yang berkahnya, yaitu pohon zaitun yang tumbuh tidak di sebelah timur dan tidak pula di sebelah barat, yang minyaknya (saja) hampir-hampir menerangi, walaupun tidak disentuh api. cahaya di atas cahaya berlapis-lapis, Allah membiri petunjuk kepada cahaya-Nya bagi orang yang Dia kehendaki dan Allah membuat perumpamaan-perumpamaan bagi manusia. Dan Allah Maha Mengetahui segala sesuatu” (Kementrian Agama RI, 2012: 354).

Allah menjelaskan tentang pohon yang tumbuh dibelahan bumi yang menghasilkan minyak yang murni, jernih dan bercahaya. Firman Allah swt: *“زَيْتُونَةٍ لَا شَرْقِيَّةٍ وَلَا غَرْبِيَّةٍ”* Yaitu (pohon) yang tumbuh tidak di timur dan tidak pula di Barat,” Maksudnya pohon itu tidak tumbuh di belahan bumi bagian timur dan tidak pula di belahan bumi bagian barat. Namun pohon ini tumbuh di belahan bumi bagian tengah (timur tengah) dimana di daerah tersebut pada umumnya terkena sinar matahari lebih banyak, sehingga minyak yang dihasilkannya begitu murni, jernih dan bercahaya (Tafsir Ibnu Katsir) (Al-Mubarak, 2006: 396). Meskipun zaitun disebutkan secara khusus, minyak nabati dapat dihasilkan dari tumbuhan lain seperti padi.

### C. Minyak Dedak Padi

Dedak merupakan produk samping penggilingan gabah menjadi beras. Selain ini, dedak hanya dimanfaatkan sebagai makanan ternak dan unggas selebihnya dipakai untuk bahan abu gosok atau dibiarkan begitu saja. Dedak mengandung 17%-23% lemak yang dapat dimanfaatkan sebagai minyak pangan serta mengandung asam lemak yaitu oleat 38,4%, linoleat 34,4%, linolenat 2,2%, palmitat 21,5% dan stearat 2,9% (BBPPPP IPB dalam Warta, 2007: 9).



Gambar 2.2 Padi dan Dedak Padi.

Minyak dedak padi yang lebih dikenal sebagai *rice bran oil* (RBO) merupakan minyak yang diekstrak dari lapisan luar butiran padi dengan dengan sejumlah lembaga biji. *Rice bran oil* mengandung beberapa jenis asam lemak yaitu *monounsaturated*, *polyunsaturated*, dan *saturated* serta asam lemak yaitu asam oleat, *linoleat*, *linolenat*, *palmitat*, dan *stearat*. Minyak ini juga kaya akan antioksidan alami seperti vitamin E, tokotrienol dan gamma-oryzanol yang dapat menangkal radikal bebas (Nasir, dkk., 2009: 1).

Minyak dedak padi merupakan produk penting dari dedak padi, tetapi tidak dapat digunakan sebagai bahan makanan. Hal ini disebabkan karena dedak padi menjadi lipase teraktifkan saat proses penggilingan yang kemudian mengakibatkan pemecahan trigliserida menjadi FFA. Kandungan FFAnyanya sebesar 4-8% b/b (Mardiah,dkk., 2006: 2).

Allah swt menjelaskan dalam QS.Al-An'am/6: 99 yang dikutip oleh (Shihab, 2002: 215-216) dalam tafsir Al-Misbah tentang proses penciptaan tumbuh-tumbuhan, yang mana pada tahap kematangan mengandung komposisi minyak, zat gula, protein dan berbagai zat karbohidrat.

وَهُوَ الَّذِي أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ نَبَاتَ كُلِّ شَيْءٍ فَأَخْرَجْنَا مِنْهُ خَضِرًا  
خُجْرًا مِنْهُ حَبًّا مُتَرَاكِبًا وَمِنَ النَّخْلِ مِنَ طَلْعِهَا قِنْوَانٌ دَانِيَةٌ وَجَنَّاتٍ مِنْ أَعْنَابٍ  
وَالزَّيْتُونِ وَالرُّمَّانِ مُشْتَبِهًا وَغَيْرَ مُتَشَبِهٍ ۚ انْظُرُوا إِلَى ثَمَرِهِ إِذَا أَثْمَرَ وَيَنْعِهِ ۚ إِنَّ فِي  
ذَٰلِكُمْ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يُؤْمِنُونَ ﴿٩٩﴾

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI

Terjemahnya:

“Dan Dialah yang menurunkan air hujan dari langit, lalu Kami tumbuhkan dengan air itu segala macam tumbuh-tumbuhan Maka Kami keluarkan dari tumbuh-tumbuhan itu tanaman yang menghijau. Kami keluarkan dari tanaman yang menghijau itu butir yang banyak dan dari mayang korma mengurai tangkai-tangkai yang menjulai, dan kebun-kebun anggur, dan (kami keluarkan pula) zaitun dan delima yang serupa dan yang tidak serupa. Perhatikanlah buahnya pada waktu berbuah, dan menjadi masak. Sesungguhnya pada yang demikian itu ada tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi orang-orang yang beriman” (Kementrian Agama RI, 2012: 140).

Ayat tentang tumbuh-tumbuhan ini menerangkan tentang proses penciptaan buah yang tumbuh dan berkembang melalui beberapa fase, hingga sampai kepada fase kematangan. Saat mencapai fase kematangan, suatu jenis buah mengandung komposisi zat gula, minyak, protein, beberapa zat karbohidrat dan zat tepung. Semua itu terbentuk atas bantuan cahaya matahari yang masuk melalui klorofil yang pada umumnya terdapat pada bagian pohon yang berwarna hijau, terutama pada daun. Daun itu ibarat pabrik yang mengolah komposisi zat-zat tadi untuk didistribusikan ke bagian-bagian pohon yang lain, termasuk biji dan buah (Shihab, 2002: 215-216).

Tumbuhan yang memiliki kandungan minyak salah satunya yaitu minyak dedak padi. Karakteristik minyak dedak padi menurut literatur yang ditulis oleh Mardiah dkk, disajikan dalam Tabel 2.2:

**Tabel 2.2 Karakteristik Minyak Dedak Padi**

<b>Karakteristik</b>	<b>Hasil ekstraksi dedak padi</b>
Densitas (g/mL)	0,89
Bilangan penyabunan (mg/g)	179,17
% FFA (asam oleat)	34,49-45,76
Warna	Hijau kecoklatan

(Mardiah, dkk., 2006: 4).

Komposisi minyak mentah dedak padi dengan FFA yang tinggi menurut Rahmaniah dapat dilihat pada Tabel 2.3:

**Tabel 2.3 Komposisi Minyak Mentah Dedak Padi High Free Fatty acid**

Komponen	Komposisi (%-berat)
Trigliserida	18,90
Digliserida	6,69
Monogliserida	0,19
Asam lemak	69,54
Oryzanol	3,77
Vitamin E dan tocopherol	0,91

(Rahmaniah, 2007: 73).

Minyak dedak terdiri dari 15-20% asam jenuh dengan komponen terbanyak berupa asam palmitat dan asam lemak tak jenuh lainnya terdiri dari :

**Tabel 2.4 Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Dedak**

Jenis asam lemak	Konsentrasi (% b)
Asam Miristat (C14:0)	0,3366
Asam Palmitat (C16:0)	17,2096
Asam Stearat (C18:0)	1,7112
Asam Oleat (C18:1)	45,7510
Asam Linoleat (C18:2)	33,4208
Asam Linolenat (C18:3)	0,3645
Asam Arakidat (C20:0)	1,2063

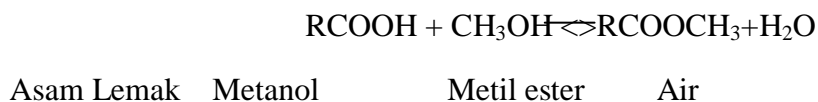
(Rahmaniah, 2007: 75).

Dedak padi dapat dijadikan sebagai biodiesel karena dalam dedak padi mengandung beberapa asam lemak. Kandungan asam lemak dalam dedak padi merupakan penyusun dari trigliserida. Dharsono pada tahun 2010 telah mengidentifikasi kandungan FFA terbanyak dalam minyak dedak padi yaitu metil linoleat sebanyak 45,44% FFA dengan menggunakan metode esterifikasi.

#### ***D. Reaksi Esterifikasi dan Transesterifikasi***

Berdasarkan kandungan FFA yang dimiliki suatu sampel, maka pembuatan biodiesel dapat dibedakan menjadi dua tahap. Tahap pertama yaitu tahap esterifikasi, dimana tahap esterifikasi dilakukan dengan penambahan katalis asam (umumnya digunakan asam sulfat). Esterifikasi digunakan untuk kandungan FFA tinggi dan harus dilanjutkan dengan proses transesterifikasi dengan katalis basa untuk menurunkan kandungan FFA. Tahap kedua Transesterifikasi dengan katalis basa (sebagian besar menggunakan kalium hidroksida). Transesterifikasi digunakan untuk menganalisis kandungan FFA rendah (Hikmah dan Zuliyana, 2010: 4).

Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis-katalis yang cocok adalah zat berkarakter asam kuat seperti asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), asam fosfat ( $\text{H}_2\text{PO}_4$ ). Reaksi esterifikasi dari asam lemak menjadi metil ester yaitu:



**Gambar 2.3 Reaksi Esterifikasi**



konstanta kecepatan reaksi. Sehingga dalam hal ini pengadukan sangat penting mengingat larutan minyak-katalis-metanol merupakan larutan yang *immiscible*.

### 3. Katalisator

Katalisator berfungsi untuk mengurangi tenaga aktivasi pada suatu reaksi sehingga pada suhu tertentu harga konstanta kecepatan reaksi semakin besar.

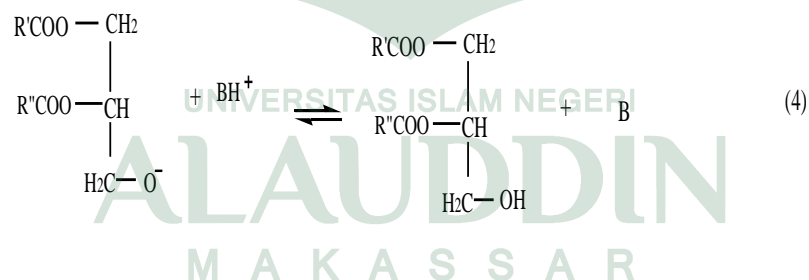
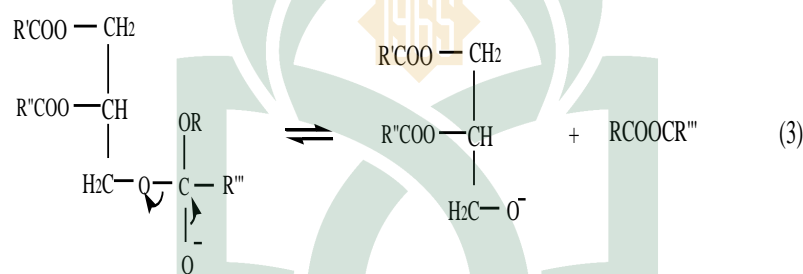
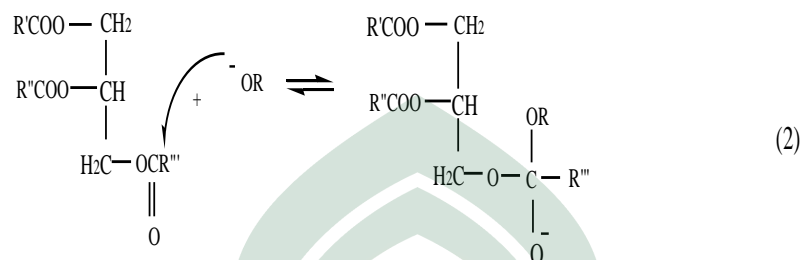
### 4. Suhu Reaksi

Semakin tinggi suhu yang dioperasikan maka semakin banyak konversi yang dihasilkan. Bila suhu naik maka harga  $k$  makin besar sehingga reaksi berjalan cepat dan hasil konversi makin besar.

Transesterifikasi (biasa disebut dengan alkoholisis) adalah tahap konversi dari trigliserida (minyak nabati) menjadi alkil ester, melalui reaksi dengan alkohol, dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Proses transesterifikasi biasa disebut dengan alkoholisis. Reaksi ini menggunakan katalis asam kuat atau katalis basa kuat untuk mempercepat reaksi. Biodiesel identik dengan ester metil asam-asam lemak (*Fatty Acids Metil Ester*, FAME) (Manurung, 2006: 47). Mekanisme reaksi transesterifikasi dalam katalis basa ditunjukkan pada gambar 2.5.



Mekanisme reaksi transesterifikasi dalam katalis basa dapat dilihat sebagai berikut:



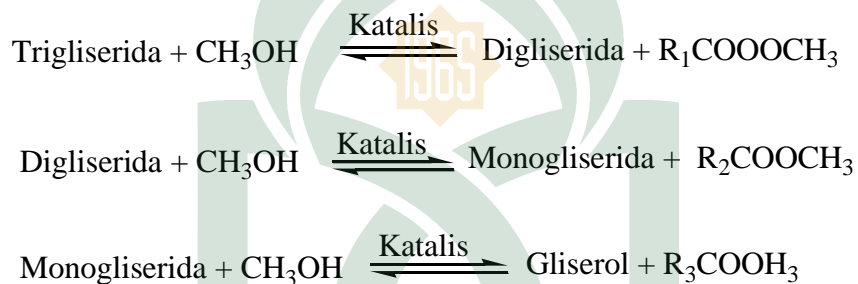
**Gambar 2.5** Mekanisme reaksi transesterifikasi dalam katalis basa.

(Schuchard, dkk., 1998: 201).

Mekanisme transesterifikasi minyak nabati dengan katalis basa terlihat pada Gambar 2.5. Keseluruhan proses merupakan suatu rangkaian tiga urutan reaksi dan merupakan reaksi reversibel, dimana di- dan monogliserida dihasilkan sebagai *intermediate*. Tahap pertama (1) adalah reaksi antara basa dengan alkohol menghasilkan alkoksida

dan katalis terprotonasi. Serangan nukleofilik dari alkoksida pada gugus karbonil dari trigliserida menghasilkan sebuah *intermediet* (2), alkil ester dan anion trigliserida terbentuk (3). Pada tahap akhir akan terjadi deprotonasi dari katalis, yang selanjutnya menghasilkan katalis aktif yang baru (4), katalis tersebut bereaksi kembali dengan molekul alkohol lainnya, sampai terbentuk monogliserida dan mengalami reaksi yang sama hingga menghasilkan alkil ester dan gliserol (Schuchard, dkk., 1998: 201).

Menurut Hikmah dan Zuliyana (2010: 14), reaksi transesterifikasi sebenarnya berlangsung dalam 3 tahap yaitu sebagai berikut:



**Gambar 2.6 Tahap Reaksi Transesterifikasi.**

(Hikmah dan Zuliyana 2010: 14).

Tahapan reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel selalu menginginkan agar didapatkan produk biodiesel dengan jumlah yang maksimum. Beberapa kondisi reaksi yang mempengaruhi konversi serta perolehan biodiesel melalui transesterifikasi antara lain pengaruh air dan asam lemak bebas, pengaruh perbandingan molar alkohol dengan bahan mentah, pengaruh jenis alkohol, pengaruh jenis katalis, metanolisis *crude* dan *refined* minyak nabati dan pengaruh temperatur (Hikmah dan Zuliyana, 2010: 23).

### **E. *Ultrasonokimia***

Ultrasonokimia merupakan salah satu metode pengadukan atau pencampuran dengan gelombang ultrasonik. Energi yang dihasilkan sangat besar sehingga pembentukan biodieselnnya cepat karena meningkatnya laju reaksi dapat mempercepat reaksi yang terjadi. Selain itu reaksi dapat cepat terjadi karena adanya efek kavitasi (Putri, 2012: 21).

Efek kavitasi yang terjadi pada pencampuran di dalam larutan cairan dapat disebabkan karena adanya gelombang ultrasonik. Tekanan cairan pada saat pencampuran menggunakan ultrasonik dapat bertambah maupun berkurang. Tekanan cairan akan bertambah ketika amplitudo positif dan cairan akan terkompresi, begitupun sebaliknya tekanan cairan akan berkurang pada saat amplitudo negatif dan cairan akan terekspansi (Putri, 2012: 21).

Proses reaksi biodiesel dibutuhkan pengadukan untuk mencampurkan antara minyak nabati/hewani dan alkohol. Ultrasonik merupakan salah satu alat yang dapat digunakan karena gelombang ultrasonik menyebabkan pencampuran yang cepat sehingga reaksi yang berlangsung akan lebih singkat. Gelombang ultrasonik dapat dapat memproses trigliserida menjadi biodiesel dalam waktu beberapa menit serta katalis dan metanol/etanol yang digunakan sedikit (DBAE, 2012: 1).



**Gambar2.7 Alat Ultrasonikimia**

Gelombang ultrasonik dapat diaplikasikan dalam produksi biodiesel dari dedak padi untuk meningkatkan kandungan dan asam lemak metil ester (FAME) yang terdapat di dalam dedak padi. Efek ultrasonik, suhu waktu reaksi dan kandungan FAME diuji pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$  dengan jumlah  $\text{H}_2\text{SO}_4 = 1,5\%$  mehanol (v/v). Gelombang ultrasonik lebih efektif dalam meningkatkan kandungan FAME dibandingkan dengan menggunakan metode in situ dengan metanolisis. Metode masih menghasilkan nilai konversi sebesar 13,27%, penggunaan ultrasonik dengan waktu reaksi 1 jam menghasilkan hasil 38,46 dan 44,91%. Jika gelombang ultrasonik diaplikasikan pada in situ metanolisis tanpa pengadukan, peningkatan FFA dan hasil setelah 1 jam 32,02 dan 29,62% (Tahira, R., 2007: 1).

## **F. Analisis Gugus Fungsi dan Komponen**

### **1. Identifikasi Gugus Fungsi dengan Spektroskopi Infrared (IR)**

Spektroskopi IR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan pemakaiannya banyak digunakan untuk identifikasi senyawa-senyawa organik. Prinsip dari spektroskopi IR didasarkan pada interaksi antara tingkat energi getaran (vibrasi). Vibrasi atom yang berikatan dalam molekul dengan mengadsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik IR (Bresnick, 2003: 101).

Molekul yang menyerap radiasi gelombang elektromagnetik IR dalam keadaan vibrasi tereksitasi akan mengalami kenaikan amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Apabila molekul kembali ke keadaan dasar maka, energi yang terserap akan dibuang dalam keadaan panas. Penyerapan radiasi infrared tergantung dari tipe ikatan suatu molekul. Apabila tipe ikatan yang dimiliki suatu molekul berbeda-beda atau berlainan maka penyerapan radiasi infrared pada panjang gelombang yang berlainan (Supratman, 2006: 57).

Penyerapan energi yang beraneka ragam dapat dipengaruhi oleh perubahan dalam momen dipol. Penyerapan energinya lemah ketika ikatan bersifat nonpolar contohnya seperti ikatan C-H atau C-C sedangkan, absorpsinya lebih kuat ketika ikatannya bersifat polar contohnya seperti ikatan O-H, N-H dan C=O. Ikatan dari molekul dapat mengalami vibrasi (bergetar pada tempatnya). Tipe vibrasi ada dua yaitu vibrasi regangan (Stretching) dan vibrasi bengkok (Bending). Vibrasi regangan terjadi perpanjangan atau pemendekan ikatan sepanjang ikatan sedangkan, vibrasi bengkok terjadi pembesaran atau pengecilan sudut ikatan. Penyerapan. Ikatan suatu molekul dapat menyerap lebih dari satu panjang gelombang tergantung dari frekuensi penyerapan energinya. Vibrasi ini dapat disebut juga vibrasi fundamental (Supratman, 2006: 57-58).

## **2. Identifikasi Komponen dengan (GC-MS)**

Spektroskopi massa didasarkan pada suatu sampel dalam keadaan gas akan mengalami tabrakan menjadi fragmen-fragmen kecil, dimana spektroskopi massa hanya mendeteksi fragmen yang bermuatan positif dalam perbandingan massa terhadap muatan ( $m/z$ ). Spektroskopi massa memberi hasil berupa grafik batang. Garis lurus yang muncul pada grafik menyatakan fragmen dari suatu molekul. Nilai  $m/z$  dinyatakan dari kiri ke kanan dari grafik sedangkan, dari bawah ke atas menunjukkan intensitas dari suatu molekul (Supratman, 2006: 256-257).

Kromatografi gas-spektroskopi massa ini biasa digunakan untuk analisis kualitatif senyawa organik yang pada umumnya bersifat dapat diuapkan. Campuran metil ester hasil transesterifikasi minyak nabati

memenuhi kriteria ini sehingga dapat dianalisis dengan kromatografi gas-spektroskopi massa. Pemisahan yang dihasilkan dari setiap jenis senyawa yang dianalisis bersifat khas untuk tiap senyawa. Demikian juga untuk senyawa-senyawa metil ester. Ion-ion pecahan dari metil ester diakibatkan penataan ulang hidrogen dan pecahan satu ikatan yang dipisahkan dari gugus  $C=O$ .

### 3. Identifikasi Densitas

Bobot jenis ditetapkan dengan cara membandingkan bobot zat pada volume tertentu atau dengan kata lain berat per satuan volume. Karakteristik ini dapat digunakan untuk mengetahui nilai kalor yang dihasilkan mesin diesel persamaan volume bahan bakar. Biodiesel yang memiliki bobot jenis yang melebihi standar akan menyebabkan emisi, meningkatkan keausan mesin dan dapat pula menyebabkan kerusakan pada mesin (Prihandana, 2006: 65).

### 4. Identifikasi Viskositas

Viskositas merupakan karakteristik fundamental dari fluida. Viskositas juga sering disebut sebagai kekuatan tarik dan merupakan ukuran dari sifat gesekan fluida. Viskositas merupakan fungsi temperatur dan tekanan, meskipun viskositas dari fluida berubah dengan berubahnya suhu dan tekanan, tetapi suhu dan tekanan tersebut mempengaruhi viskositas dalam cara yang berbeda.

Viskositas dapat terjadi akibat gaya gesek yang timbul dari gerakan molekul ketika bergerak melewati satu sama lain dalam cairan. Viskositas biasa juga disebut juga viskositas dinamis. Viskositas dinamis dapat diartikan kemampuan suatu cairan untuk mengalir. Viskositas biodiesel dapat diketahui

dengan melihat komposisi ester dari sampel. Viskositas setiap ester yang berbeda dapat diperkirakan pada suhu tertentu menggunakan ekspresi empiris seperti hubungan suhu atau bentuk empiris lain (Gerpen., 2004: 23).

Viskositas biodiesel dapat berpengaruh terhadap atomisasi bahan bakar pada saat injeksi ke ruang bakar serta akan mengalami pembentukan deposit mesin. Viskositas meningkat dengan panjang rantai (jumlah atom karbon) dan dengan meningkatnya derajat kejenuhan. Ini berlaku juga untuk bagian alkohol karena viskositas etil ester sedikit lebih tinggi dari metil ester (Knothe, 2005: 89).

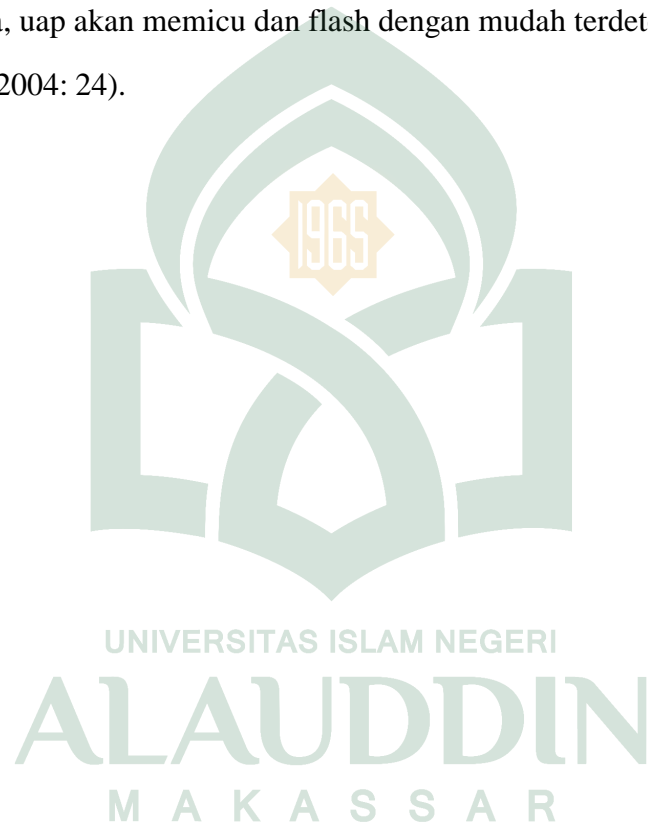
Viskositas suatu biodiesel semakin tinggi, maka tahanan untuk mengalir akan semakin tinggi. Karakteristik ini sangat penting karena mempengaruhi kinerja injektor pada mesin diesel. Selain itu, atomisasi bahan bakar sangat bergantung pada viskositas. Sebaliknya, biodiesel dengan viskositas rendah akan memproduksi *spray* yang terlalu halus dan tidak dapat masuk lebih jauh pembakaran sehingga terbentuk daerah *fuel rich zone* yang menyebabkan pembentukan jelaga. Modifikasi terhadap peningkatan viskositas pada biodiesel dapat memberi sifat pelumasan yang lebih baik terhadap biodiesel (Prihandana, 2006: 64).

## **5. Identifikasi Titik Nyala**

Titik nyala adalah suhu terendah ketika campuran bahan bakar dan udara terbakar. Kinerja mesin diesel tidak berhubungan langsung dengan titik nyala dari biodiesel, akan tetapi titik nyala berhubungan dengan keamanan, terutama dalam penanganan dan penyimpanan bahan bakar tersebut. Titik nyala tinggi akan memudahkan penanganan bahan bakar, karena bahan bakar

tidak perlu disimpan dalam suhu rendah. Sebaliknya bahan bakar dengan titik nyala rendah akan membahayakan karena tingginya resiko terbakar (Prihandana, 2006: 66-67).

Titik nyala ditentukan dengan memanaskan sampel bahan bakar dalam wadah diaduk dan melewati api di atas permukaan cairan. Jika suhudi atas titik nyala, uap akan memicu dan flash dengan mudah terdeteksi dapat diamati (Gerpen, 2004: 24).





### **BAB III**

## **METODOLOGI PENELITIAN**

### **A. Waktu dan Tempat**

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Alauddin Makassar dari Maret 2016 hingga Juni 2016. Analisis FTIR akan dilakukan di Laboratorium Kimia Organik, Fakultas MIPA UNHAS dan analisis GCMS di Laboratorium Forensik.

### **B. Alat dan Bahan**

#### **1. Alat**

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu spektrofotometer GC-MS Agilent GC Tipe 7890 A MS Tipe 5975, FTIR Prestige-21 Shimadzu., perangkat ultrasonik *Kisbow* 47 kHz, sentrifugator *Thermo Scientific Heraeus Labofuge* 200, rangkaian destilasi, neraca analitik, oven, soxhlet, corong pisah, buret asam 50 mL, buret basa 25 mL, *viscometerostwald*, piknometer, pemanas air, labu ukur 100 mL, enlenmeyer 250 mL, gelas kimia 100 mL, termometer, panci, statif dan klem, pengaduk, spatula, karung.

#### **2. Bahan**

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini yaitu air ( $H_2O$ ), Asam asetat ( $CH_3COOH$ ), asam klorida ( $HCl$ ), dedak padi yang berasal dari Kabupaten Luwu Utara Sulawesi Selatan, indikator phenoptalein (PP), etanol ( $C_2H_5OH$ ), kain halus, kalium hidroksida (KOH), kertas lakmus merah, kertas saring, lidi, n-heksan ( $C_6H_{14}$ ), natrium sulfat ( $Na_2SO_4$ ).

### **C. *Prosedur Kerja***

#### **1. Preparasi Sampel**

Prosedur awal dari penelitian ini yaitu melakukan preparasi sampel dengan cara memeras dedak padi selama 3 bulan untuk meningkatkan kandungan asam lemak bebas (FFA) di dalam dedak. Dedak padi yang telah diperas diekstraksi dengan menggunakan metode refluks.

Dedak padi diekstrak dengan menggunakan metode refluks dengan cara memasukkan dedak ke dalam labu leher tiga sebanyak 100 gram, tambahkan solven n-heksan dengan perbandingan berat dedak dan n-heksan 1:5, dipanaskan sampai suhu  $68^{\circ}\text{C}$ , selama  $\pm 2$  jam. Lakukan pemisahan sisa ampas dedak dari minyak dan n-heksan menggunakan kertas saring, diperoleh filtrat berupa campuran antara minyak dedak dan n-heksan yang berwarna kuning kecokelatan. Penambahan karbon aktif sebesar 2 gram untuk 100 gram minyak. Menyaring hasil rendaman dengan menggunakan kain blacu kemudian menyaring kembali dengan menggunakan pompa vakum agar karbon terpisah dengan baik. Evaporasi hasil yang diperoleh.

#### **2. Penentuan Nilai Konversi Biodiesel**

##### **a) Analisis Bilangan Asam**

##### **1) Standarisasi KOH**

Standarisasi KOH dilakukan dengan cara membuat larutan KOH 0.1 N di dalam labu ukur 100 mL. Selain itu, juga dibuat larutan HCl 0.1 N yang kemudian dimasukkan ke dalam buret asam 50 mL hingga tanda miniskus. Larutan KOH 0.1 N yang telah dibuat dimasukkan ke dalam Erlenmeyer sebanyak 20 mL kemudian ditambahkan dengan indikator PP lalu dititrasi

dengan larutan HCl 0.1 N yang berada di dalam buret. Selanjutnya, volume HCl yang telah digunakan saat titrasi dicatat untuk digunakan dalam perhitungan konsentrasi.

Rumus:

$$V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$$

## 2) Angka Asam

Penentuan angka asam dilakukan untuk mengetahui seberapa banyak KOH yang dibutuhkan untuk melakukan proses netralisasi minyak. Penentuan angka asam dilakukan dengan memipet minyak dedak padi sebanyak 10 gram kemudian ditambahkan dengan etanol 95% sebanyak 25 mL lalu direfluks hingga mendidih. Hasil refluk dititrasi menggunakan KOH 0.1 N yang telah distandarisasi yang terlebih dahulu ditambahkan indikator PP hingga berubah warna dari larutan tidak berwarna menjadi larutan warna merah muda. Volume hasil titrasi dicatat untuk digunakan dalam perhitungan angka asam minyak dedak padi.

Rumus:

$$\text{Asam lemak Bebas, \%} = \frac{MrKOH \times NKOH \times VKOH}{\text{Bobot Minyak}}$$

**b) Reaksi Esterifikasi**

Esterifikasi dilakukan untuk menurunkan angka asam dari minyak dedak padi yang sangat tinggi. Esterifikasi dilakukan dengan cara melarutkan HCl 2,5% sebanyak 6,93374 gram dalam etanol sebanyak 276,42 gram. Setelah larut dimasukkan ke dalam gelas kimia, bersamaan dengan minyak dedak padi sebanyak 277,3497 gram. Campuran direaksikan dengan magnetik stirrer selama 1 jam pada suhu 64°C.

**c) Netralisasi**

Proses netralisasi dilakukan untuk melepas asam lemak bebas yang masih terdapat dalam minyak dedak padi. Proses netralisasi dilakukan dengan menimbang sebanyak 100 g minyak dedak padi kemudian ditambahkan dengan KOH sebanyak 0,079 gram. Selain itu, ditambahkan etanol sebanyak 20 mL lalu dipanaskan menggunakan magnetik stirrer selama 10 menit. Setelah dilakukan pemanasan menggunakan magnetik stirrer, campuran minyak, etanol dan KOH dimasukkan ke dalam corong pisah kemudian ditambahkan dengan n-heksan sebanyak 100 mL, diamkan selama 1 x 24 jam. Setelah didiamkan, dilakukan pemisahan antara lapisan atas dan lapisan bawah.

**d) Sintesis Biodiesel/ Reaksi Transesterifikasi**

Pembuatan biodiesel dilakukan dengan menimbang minyak dedak padi sebanyak 27,7349 gram ke dalam gelas kimia. Menimbang KOH 0,5% sebanyak 1,3967 gram yang dilarutkan dalam etanol sebanyak 27,6420 gram. Larutan etoksi dicampurkan ke dalam minyak dedak padi untuk direaksi dalam alat ultrasonik dan dihentikan setelah (45, 60 dan 75 menit). Hasil reaksi masing-masing dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 1 x 24 jam

lalu dipisahkan antara biodiesel dan gliserol. Biodiesel berada pada lapisan atas sedangkan gliserol berada pada bagian bawah.

Hasil dari pemisahan dilanjutkan pada tahap pemurnian biodiesel yaitu dilakukan dengan mencuci biodiesel dengan menggunakan air panas ( $\pm 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) dan diuji menggunakan kertas lakmus. Jika dengan penambahan air belum netral, maka biodiesel ditambah dengan asam asetat dan diuji kembali menggunakan kertas lakmus merah sampai netral. Setelah itu, memasukkan biodiesel ke dalam tabung sentrifuge kemudian mengambil lapisan atas pada tabung (dekantasi) dan dipanaskan dalam penangas air ditambahkan natrium sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) untuk menghilangkan air. Menimbang kosong tabung reaksi kemudian menyaring minyak menggunakan kertas saring dalam tabung reaksi. Uji dengan spektroskopi IR dan GC-MS.

Perhitungan mol ekuivalen reaksi transesterifikasi:

$$\text{mol} = \frac{gr}{Mr}$$

Perhitungan bobot katalis 0.5% dan 2,5%

$$\text{massa} = \frac{0.5}{100} \times \text{bobot minyak} \quad \text{massa} = \frac{2.5}{100} \times \text{bobot minyak}$$

### 3. Analisis Komponen

#### a) Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Pastikan semua alat terhubung dengan arus listrik. Mengaktifkan rangkaian alat FTIR. Sebelum menginjek sampel, lakukan standarisasi alat dengan cara pastikan pena atau pencatat *recorder* pada posisi 4000 nm. Mengatur panjang gelombang pada posisi 4000 nm. Tempatkan kalibrasi pada tempatnya. Mendiamkan hingga muncul lampu warna hijau pada monitor dan melakukan *scanning*. Setelah proses kalibrasi selesai, mengeluarkan plat kaca yang digunakan untuk wadah sampel dari FTIR. Meneteskan sampel diantara plat NaCl yang kemudian dimasukkan ke dalam plat kaca. Memasukkan plat kedalam FTIR. Kemudian senyawa akan teridentifikasi.

#### b) Identifikasi Komponen dan Konsentrasi Menggunakan GCMS

##### 1) Preparasi Sampel

Memasukkan sampel kedalam tabung reaksi, menambahkan 1 mL n-heksan untuk mengekstrak biodiesel dari sampel dan alkohol. Menambahkan 3 mL larutan NaCl jenuh untuk memperjelas pemisahan antara ekstrak dan alkohol. memindahkan bagian n-heksan (fase atas) ke dalam botol vial, kemudian menambahkan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat untuk mengikat air sehingga mencegah adanya air didalam sampel yang diuji. Memasukkan sampel uji ke dalam botol vial kedua dan pastikan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat tidak ikut tercampur. Sampel siap dianalisis.

##### 2) Analisis dengan GCMS

Mengaktifkan alat GCMS dan mengatur seluruh komponen yang terkait. Mengatur tampilan analisis, pilih sampel *login* pada *monitor* sementara menunggu GC dan MS pada *monitor* dalam keadaan *ready*. Menginjek sampel

sebanyak 1  $\mu\text{L}$  ke dalam *autoinjector*. Jika grafik telah terlihat datar, analisis GC dapat dihentikan dengan ,mengklik stop pada monitor. Puncak grafik diidentifikasi akan menunjukkan komponen yang paling mirip dari beberapa komponen dari bobot molekul serta tinggi intensitasnya.

#### 4. Analisis Sifat Fisik

##### a) Penentuan Densitas

Menimbang piknometer yang telah bersih dan kering. Mengisi piknometer dengan  $\text{H}_2\text{O}$  sampai pada tanda batas, mengimpitkan dan catat suhunya. Menimbang piknometer yang berisi  $\text{H}_2\text{O}$  dengan neraca analitik dan catat bobotnya. Membersihkan dan mengeringkan piknometer. Mengisi dengan sampel yang akan diukur. Menimbang piknometer yang berisi sampel dengan neraca analitik dan catat bobotnya.

Perhitungan:

Bobot piknometer kosong	: a gram
Bobot piknometer + air	: b gram
Bobot piknometer + sampel	: c gram
Bobot akuades	: (b-a) gram
Bobot sampel	: (c-a) gram

Perhitungan densitas/ gravitas spesifik ( $Sg^t$ )

$$Sg^t_{\text{sampel}} = \frac{(c - a) \text{ gram}}{(b - a) \text{ gram}}$$

Perhitungan densitas air ( $d_{aq}^t$ ) suhu kamar,  $t^\circ\text{C}$

$$d_{aq}^t = 0,9970 \text{ gr/cm}^3$$

Perhitungan densitas ( $d_4^t$ )

$$d_4^t = Sg^t \times d_{aq}^t$$

#### b) Penentuan Viskositas

Mengisi air ke dalam viskometer melalui pipa sebelah kanan (pembukaannya lebih rendah dari tanda b). Memasukkan viskometer ke dalam penangas air yang dilengkapi dengan termometer untuk mengukur suhunya (suhu air harus sama dengan suhu percobaan yaitu 20°C, 40°C dan 60°C dengan masing-masing nilai koefisien viskositas 1,009, 0,654 dan 0,470). Mengisap zat cair melalui pipa kiri agar zat cair masuk ke dalam b hingga tanda a. Mencatat waktu yang diperlukan oleh zat cair untuk mengalir dari tanda a ke tanda b. Melakukan hal yang sama dengan mengganti air dengan sampel.

Perhitungan:

$\eta_1$  : koefisien viskositas zat cair

$\eta_2$  : koefisien viskositas sampel

$\rho_1$  : kerapatan zat cair

$\rho_2$  : kerapatan sampel

$t_1$  : waktu pengaliran zat cair

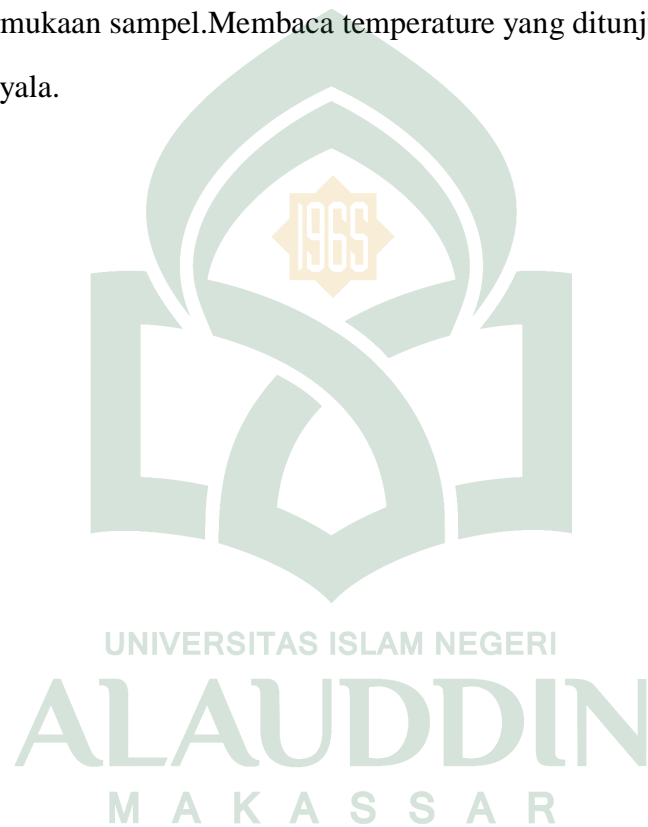
$t_2$  : waktu pengaliran sampel

$$\frac{\eta_1}{\eta_2} = \frac{\rho_1 t_1}{\rho_2 t_2}$$



**c) Penentuan Titik Nyala**

Menuang sampel dalam cawan porselin yang bersih dan kering. Termometer digantung dengan ujung termometer tercelup dalam sampel namun tidak menempel dasar cawan. Pemanas dinyalakan dengan kenaikan suhu yang konstan. Melakukan uji nyala dengan menggunakan lidi yang dibakar lalu ditaruh dipermukaan sampel. Membaca temperature yang ditunjukkan termometer saat terjadi nyala.



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### A. Hasil Pengamatan

##### 1. Penentuan Nilai Konversi Biodiesel

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan melalui beberapa tahap diantaranya pembuatan minyak dedak padi, penentuan angka asam, netralisasi dan pembuatan biodiesel menggunakan metode ultrasonokimia dengan variasi waktu 45, 60 dan 75 menit, maka didapatkan hasil penelitian pada Table 4.1 di bawah ini:

**Tabel 4.1 Nilai Konversi Minyak Dedak Padi menjadi Ester Asam lemak dari Beberapa Variasin Waktu**

No.	Waktu Reaksi (Menit)	Berat Etil Ester (Gram)	Nilai Konversi (%)
1	45	14,4319	49,23
2	60	19,5659	70,55
3	75	13,6539	52,04

##### 2. Analisis Komponen

##### a) Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Biodiesel murni yang diperoleh dilanjutkan dengan analisis menggunakan alat FTIR. Identifikasi FTIR berfungsi untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari biodiesel yang dihasilkan berdasarkan data serapan infra merah yang dihasilkan. Nilai serapan dari infra merah dapat dilihat pada Table 4.2 di bawah ini:

**Tabel 4.2 Nilai Serapan dari Vibrasi Regang Gugus-Gugus Senyawa Etil Ester Variasi Waktu 45, 60 dan 75 menit.**

No.	Waktu Reaksi	Tipe Vibrasi Regang	Rentang Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )	Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )
1	45 menit	O-H	3700 – 3450	-
		C-H $sp^2$ / (R=C-H)	3400-3000	3394,72
		C-H $sp^3$ (Metil)	3000 – 2900	2947,23
		C-H (Alkana)	3000 – 2800	2835,36
		C=O	1750 – 1725	1739,79
		C=C	1700-1600	1637,56
		C-C	1600-1450	1456,26
		C-O	1300 – 1110	1112,93
2	60 menit	O-H	3700 – 3450	-
		C-H $sp^2$ / (R=C-H)	3400-3000	3415,93
		C-H $sp^3$ (Metil)	3000 – 2900	2947,23
		C-H (Alkana)	3000 – 2800	2835,36
		C=O	1750 – 1725	1739,79
		C=C	1700-1600	1647,21
		C-C	1600-1450	1454,33; 1516,05; 1541,12
		C-O	1300 – 1110	1114,86
3	75 menit	O-H	3700 – 3450	-
		C-H $sp^2$ / (R=C-H)	3400-3000	3392,79
		C-H $sp^3$ (Metil)	3000 – 2900	2947,23
		C-H (Alkana)	3000 – 2800	2835,36
		C=O	1750 – 1725	1741,72
		C=C	1700-1600	1654,92; 1680,00
		C-C	1600-1450	1456,26; 1516,05; 1543,05
		C-O	1300 – 1110	1114,86

**b) Identifikasi Komponen dan konsentrasi Menggunakan GCMS**

Selain identifikasi menggunakan FTIR, analisis biodiesel dilanjutkan menggunakan alat GC-MS yang berfungsi untuk mengetahui komponen asam lemak dan kadar asam lemak dalam biodiesel minyak dedak padi. Komponen dan kadar yang terdapat dalam biodiesel dapat dilihat pada Tabel 4.3 di bawah ini:

**Tabel 4.3 Nilai Waktu Retensi dan Luas Puncak Tiap Komponen Biodiesel Variasi Waktu 45, 60 dan 75 menit.**

No.	Waktu Reaksi (Menit)	Puncak	Waktu Retensi (Menit)	Konsentrasi (%)
1	45	1	19,72	18,41%
		2	20,70	2,14%
		3	21,33	23,67%
		4	21,38	50,23%
2	60	1	19,71	9,80%
		2	20,04	6,88%
		3	21,33	29,99%
		4	21,38	41,48%
3	75	1	19,71	3,69%
		2	20,06	24,89%
		3	21,69	20,54%
		4	21,73	30,10%

Komponen-komponen dari hasil biodiesel yang diperoleh dapat diidentifikasi dengan melihat berat molekul dari pola fragmentasi. Pola fragmentasi yang menunjukkan beberapa kandungan etil ester dapat dilihat pada Table 4.4 di bawah ini:

Tabel 4.4 Pola Fragmentasi Masing-Masing Komponen Biodiesel Hasil Analisis GC-MS.

No.	Senyawa Teridentifikasi dan Struktur	Pola Fragmentasi
1	Etil Palmitat ( $C_{18}H_{36}O_2$ )	284, 255, 241, 157, 101, 88
2	Etil Linoleat ( $C_{20}H_{36}O_2$ )	308, 264, 220, 178, 150, 81
3	Etil Oleat ( $C_{20}H_{38}O_2$ )	310, 264, 222, 180, 111, 88, 83
4	Etil Stearat ( $C_{20}H_{40}O_2$ )	312, 264, 227, 185, 157, 129, 88,

### 3. Analisis Sifat Fisik

#### a) Penentuan Densitas

Uji karakteristik yang lain yang dapat dilakukan diantaranya uji densitas, uji viskositas dan uji titik nyala. Uji densitas dapat dilihat pada Table 4.5 di bawah ini:

Tabel 4.5 Uji Densitas Biodiesel.

Jenis zat cair	Waktu reaksi (menit)	Densitas	Densitas Standar SNI
Biodiesel Minyak Dedak padi	45	0,850 g/cm <sup>3</sup>	0,850-0,890 g/cm <sup>3</sup>
	60	0,843 g/cm <sup>3</sup>	
	75	0,858 g/cm <sup>3</sup>	

## b) Penentuan Viskositas

Uji viskositas dapat dilihat pada Table 4.6 di bawah ini:

**Tabel 4.6 Uji Viskositas Biodiesel.**

Jenis zat cair	Waktu reaksi (menit)	Suhu (°C)	Waktu (sekon)	Viskosita	Viskositas Standar SNI
Akuades/ Biodiesel	45	40	1,06	1,9 p	1,9-6,0 p
	60		1,03	1,97 p	
	75		1,06	1,9 p	

## c) Penentuan Titik Nyala

Uji titik nyala dapat dilihat pada Table 4.7 di bawah ini:

**Tabel 4.7 Uji Titik Nyala Biodiesel.**

Jenis zat cair	Waktu reaksi (menit)	Suhu Nyala (°C)	Titik Nyala Standar SNI
Biodiesel	45	168	100 °C (titik nyala minimum)
	60	146	
	75	150	

## B. Pembahasan

### 1. Preparasi Sampel

Dedak padi diperam selama 3 bulan untuk meningkatkan kandungan FFA dalam dedak. Hasil pemeraman diekstrak dengan menggunakan metode refluks. Metode refluks digunakan karena metode ini merupakan proses pemanasan tanpa mengurangi volume dari pelarut yang digunakan. Metode tersebut sering juga disebut pendingin balik. Sebelum dilakukan ekstraksi terlebih dahulu dilakukan proses pengeringan untuk menghilangkan kadar air dalam dedak padi sehingga kualitas minyak yang dihasilkan baik.

Minyak yang memiliki kandungan air akan menyebabkan terbentuknya asam karboksilat dan menurunkan rendemen dari biodiesel. Minyak yang dihasilkan ditambahkan dengan karbon aktif sebesar 2% untuk mengikat pengotor dan menurunkan asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak dedak padi.

## **2. Penentuan Nilai Konversi Biodiesel**

Berdasarkan sintesis biodiesel yang telah dilakukan dan diperoleh hasil yang terlihat pada Tabel 4.1, maka diperoleh nilai konversi biodiesel dengan 3 variasi waktu 45, 60 dan 75 menit masing-masing nilai konversinya yaitu 49,23%, 70,55% dan 52,04%. Nilai konversi yang paling besar yaitu pada waktu reaksi 60 menit. Hasil yang diperoleh sesuai dengan hasil penelitian Sri Kembaryani Putri (2012) dimana waktu yang baik untuk melakukan reaksi yaitu 60 menit. Jika waktu yang dibutuhkan untuk bereaksi terlalu lama maka akan mengakibatkan volume ester yang dihasilkan berkurang. Waktu reaksi yang lama akan mengakibatkan etil ester yang terbentuk pada saat terjadinya reaksi akan menyebabkan gliserol yang terbentuk akan bereaksi dengan etil ester tersebut. Nilai konversi biodiesel dapat diperoleh dengan beberapa tahap diantaranya:

### **a) Penentuan Angka Asam**

Penentuan angka asam untuk menentukan seberapa banyak KOH yang digunakan untuk melepas FFA yang terkandung dalam minyak dedak padi. Metode yang digunakan untuk menentukan angka asam yaitu metode refluks. Hasil pengukuran angka asam minyak dedak padi diperoleh 0,79293 mg KOH/ g minyak, yang mana menurut hasil penelitian Rachmaniah, kandungan FFA minyak dedak padi sebesar 15-70% memberi konversi sebesar 70-90% .

**b) Reaksi Esterifikasi**

Proses esterifikasi dilakukan untuk menurunkan asam lemak bebas dalam minyak yang masih tersisa pada saat penambahan karbon aktif sebelum dilakukan proses transesterifikasi. Proses ini dilakukan dengan merekasikan minyak dengan etanol dengan perbandingan 1:6. Katalis yang digunakan pada proses ini adalah oleh katalis asam klorida, yang mana katalis asam dapat menurunkan kandungan FFA dari minyak sebelum dilanjutkan pada tahap transesterifikasi dengan katalis basa.

**c) Netralisasi**

Proses netralisasi dilakukan untuk melepas FFA yang masih terdapat dalam minyak dedak padi. KOH yang digunakan dalam proses ini diketahui dari penentuan angka asam. Sebanyak 0,079 gram KOH ditambahkan ke dalam 100 mL minyak dedak padi untuk menetralkan FFA yang terkandung dalam minyak. Penambahan etanol 96% berfungsi untuk melarutkan minyak dalam campuran. Proses pencampuran dibantu dengan magnetik stirrer dengan suhu 64°C selama 10 menit.

Hasil dari pengadukan menggunakan magnetik stirrer dimasukkan ke dalam corong pisah dan ditambahkan dengan n-heksan. Penambahan n-heksan bertujuan untuk mengikat minyak karena memiliki sifat yang sama yaitu nonpolar. Campuran didiamkan selama 1 x 24 jam hingga terbentuk dua fase larutan. Lapisan bawah adalah campuran KOH dan etanol yang bersifat polar dan lapisan atas merupakan campuran n-heksan dan minyak yang bersifat nonpolar. Kedua fase larutan dipisahkan, lapisan atas yang selanjutnya dipisahkan



lagi kemudian diuapkan dan dipanaskan untuk menghilangkan n-heksan yang terdapat dalam campuran tersebut.

**d) Sintesis Biodiesel/ Reaksi Transesterifikasi**

Keberhasilan reaksi transesterifikasi bergantung pada beberapa faktor diantaranya, kecepatan pengadukan, rasio mol alkohol dengan minyak, suhu dan katalis. Perbandingan mol minyak dan alkohol yang rendah akan mengakibatkan reaksi tidak berjalan sempurna sedangkan jika terlalu tinggi akan menyulitkan pemisahan campuran antara gliserol dan biodiesel, sedangkan katalis yang digunakan apabila berlebih maka akan membentuk sabun yang menyebabkan sulit dipisahkan dengan gliserol. Sedangkan pengaruh suhu dapat diatasi dengan menggunakan alat ultrasonik (Dharsono, 2010: 8).

Minyak dedak padi direaksikan menggunakan alat ultrasonik dengan waktu reaksi 45, 60 dan 75 menit. Rasio perbandingan minyak dan alkohol yang digunakan yaitu 1 mol minyak : 6 mol etanol dengan katalis 0,5%. Perbandingan mol dan katalis yang digunakan mengacu pada penelitian Anas Puspita Sari (2010) menggunakan perbandingan minyak dedak padi dan metanol dengan perbandingan (1:6). Metode yang digunakan yaitu metode konvensional yang masih memerlukan pemanasan. Sedangkan pada penelitian ini digunakan metode ultrasonokimia, yang mana reaksinya tidak membutuhkan pemanasan.

Hasil dari proses transesterifikasi dimasukkan ke dalam corong pisah dan dikocok. Campuran didiamkan hingga terbentuk dua fase, fase bawah merupakan gliserol dan fase atas merupakan etil ester. Fase bawah dikeluarkan, sedangkan fase atas ditambahkan aquades untuk melepas sisa KOH. Pengujian dilanjutkan dengan menggunakan kertas lakmus merah, hasil yang diperoleh netral apabila

lakmus merah tidak berubah warna. Hasil dari pencucian dilanjutkan pada tahap sentrifugasi untuk memisahkan antara biodiesel dan air dari proses pencucian.

Hasil yang diperoleh dilanjutkan dengan mengukur konversi biodiesel. Konversi biodiesel yang diperoleh untuk waktu rekasi 45, 60 dan 75 menit masing-masing adalah 49,23%, 70,55% dan 52,04. Hasil konversi terbesar dapat dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Sri Kembaryani Putri (2012) dengan menggunakan waktu rekasi 60 menit dengan metode konvensional diperoleh kadar biodiesel sebesar 20% sedangkan bila menggunakan metode gelombang ultrasonik diperoleh kadar biodiesel sebesar 90%.

### **3. Analisis Komponen**

Biodiesel murni yang diperoleh kemudian diuji dengan menggunakan instrument FTIR dan GCMS. Kadar yang diperoleh dari masing-masing komponen dari variasi waktu reaksi 45, 60 dan 75 menit memiliki kadar yang berbeda-beda yang terlihat pada Tabel 4.3 untuk waktu reaksi 45 menit menghasilkan 5 puncak tetapi hanya 4 puncak yang menunjukkan keberadaan komponen etil ester. Puncak pertama etil palmitat dengan kelimpahan sebesar 18,41%, puncak kedua yang menunjukkan etil linoleat dengan kelimpahan 2,14%, puncak ketiga menunjukkan etil stearate dengan kelimpahan 23,67% dan puncak keempat menunjukkan etil oleat dengan kelimpahan 50,23%.

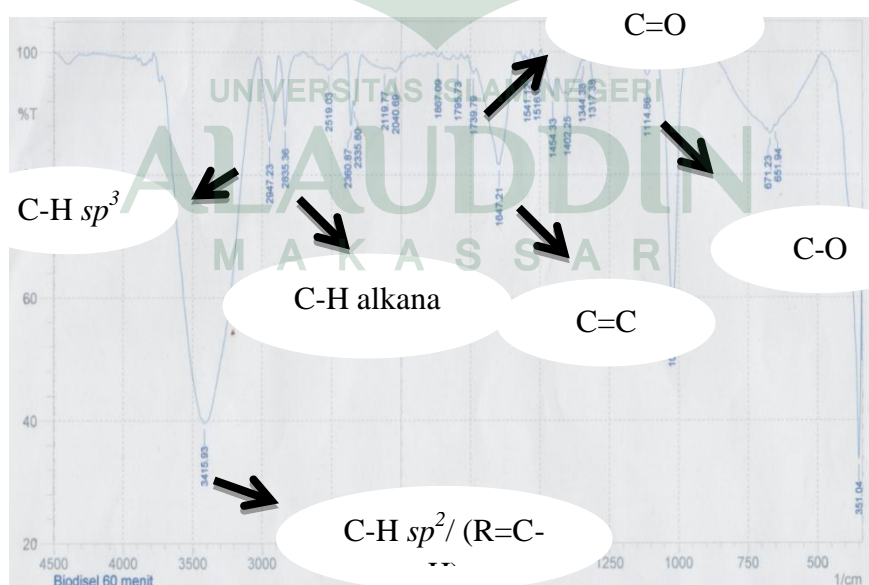
Puncak yang muncul untuk waktu reaksi 60 dan 75 menit yaitu 6 puncak tetapi hanya 4 puncak yang menunjukkan keberadaan etil ester, untuk waktu reaksi 60 menit menunjukkan etil palmitat memiliki kelimpahan 9,80%, etil linoleat sebesar 6,88%, etil stearate sebesar 29,99% dan etil oleat sebesar 41,48% sedangkan untuk waktu reaksi 75 menit menunjukkan etil palmitat memiliki

kelimpahan 3,69%, etil linoleat sebesar 24,89%, etil stearate sebesar 20,54% dan etil oleat sebesar 30,10%.

Hasil kadar yang diperoleh dari 3 waktu reaksi 45, 60 dan 75 menit nilai komponen asam lemak etil oleat merupakan nilai konversi terbesar dari 3 waktu reaksi tersebut. Hasil yang diperoleh sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Rahmaniah (2007) yang menemukan kandungan asam lemak yang paling banyak adalah etil Oleat sebesar 45,7510%. Penentuankadar biodiesel dapat diperoleh melalui beberapa tahap diantaranya:

**a) Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan FTIR**

Analisis FTIR dilakukan untuk membuktikan bahwa hasil dari proses transesterifikasi memiliki gugus fungsi etil ester. Data spektrum yang dihasilkan pada masing-masing variasi reaksi (45, 60 dan 75 menit) menunjukkan gugus khas etil ester. Berikut ini adalah hasil identifikasi FTIR dengan lama pengadukan 60 menit.



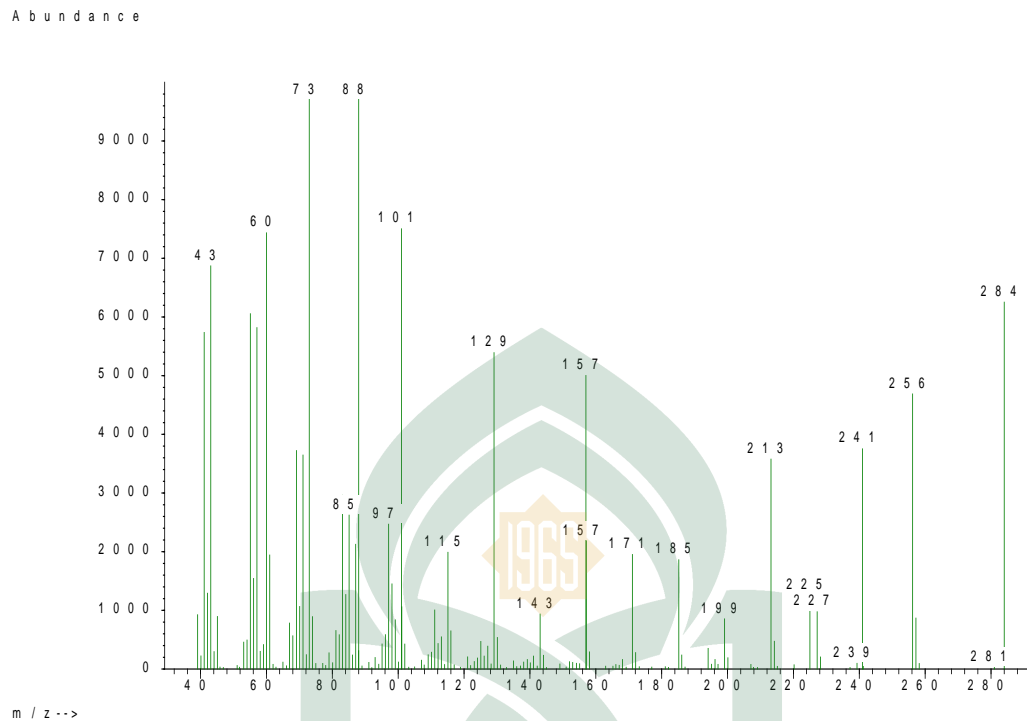
**Gambar. 4.1 Spektrum FTIR Biodiesel 60 Menit.**

Pita-pita serapan khas dari asam lemak rantai panjang diantaranya vibrasi regang C-O pada daerah frekuensi 1114,86; pita serapan regang C-H alkana pada frekuensi 2835,36; pita serapan regang C-H  $sp^2$  (R=C-H) pada frekuensi 3415,93 dan gugus C-H  $sp^3$  pada frekuensi 2947,23. Pita serapan regang C=O terdeteksi pada frekuensi 1739,79 yang jelas terlihat pada daerah pertengahan spektrum dan pita serapan C=C pada gelombang 1647,21 menunjukkan bahwa komponen biodiesel mengandung ikatan rangkap, secara keseluruhan dapat disimpulkan bahwa gugus fungsi dari hasil analisis FTIR diantaranya gugus metil/etil, gugus ester dan gugus karbonil.

#### **b) Identifikasi Komponen dan Konsentrasi Menggunakan GCMS**

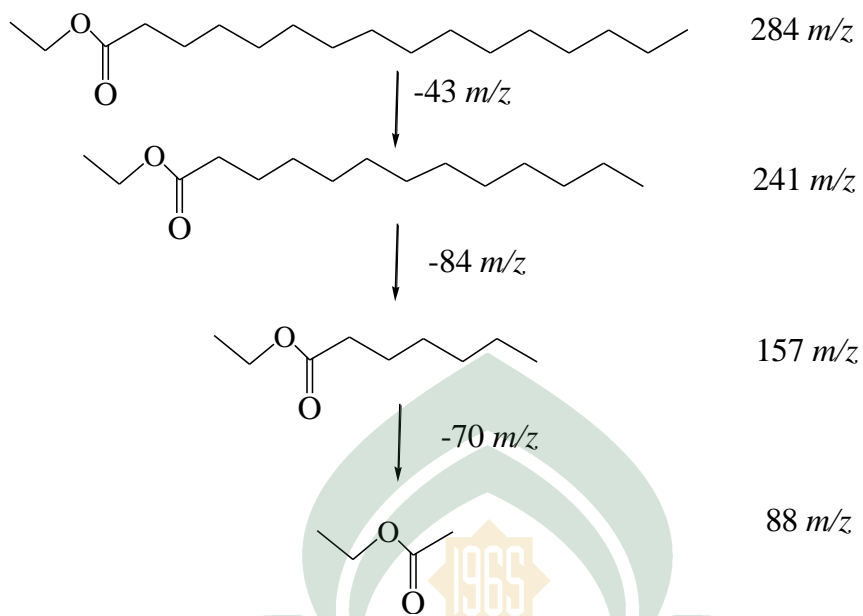
Analisis GC-MS digunakan untuk mengetahui komponen asam lemak dan kadar asam lemak dalam biodiesel minyak dedak padi. Berdasarkan hasil analisis yang diperoleh pada semua waktu reaksi secara umum menunjukkan bahwa senyawa utama dari biodiesel adalah etil palmitat ( $m/z= 284$ ), etil linoleat ( $m/z= 308$ ), etil oleat ( $m/z= 310$ ), etil stearat ( $m/z= 312$ ). Hal ini sesuai dengan komposisi biodiesel minyak dedak padi yang dibuat oleh Rahmaniah (2007).

Salah satu senyawa hasil dari GCMS berdasarkan fragmen-fragmennya adalah etil palmitat. Etil palmitat merupakan senyawa yang memiliki massa 284 dari hasil identifikasi GCMS. Berikut ini fragmen hasil GCMS dari etil palmitat.

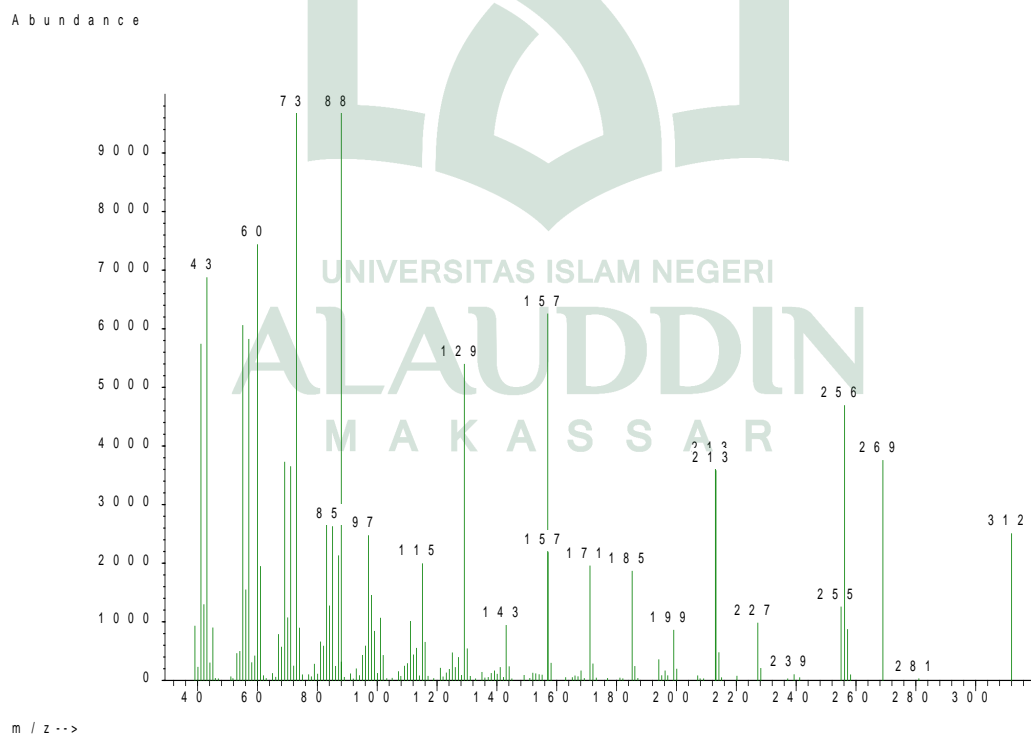


**Gambar. 4.2 Fragmentasi Etil Palmitat Hasil Identifikasi GCMS**

Hasil fragmentasi komponen yang dianalisis merupakan senyawa yang memiliki rumus molekul  $C_{18}H_{36}O_2$ . Pola fragmentasi dengan puncak ion molekul  $m/z$  284 menunjukkan bahwa komponen tersebut adalah etil palmitat. Ion molekul tersebut mengalami penguraian dengan lepasnya molekul  $C_3H_7$  sehingga menghasilkan puncak pada  $m/z$  241 yang memiliki selisih sebesar 43. Kemudian melepas  $C_6H_{12}$  hingga menghasilkan puncak pada  $m/z$  157 merupakan puncak ion molekul M-84. Selanjutnya melepas  $C_5H_{11}$  yang menghasilkan  $m/z$  88. Fragmentasi ion molekul, dapat dilihat pada Gambar 4.3 struktur di bawah ini:

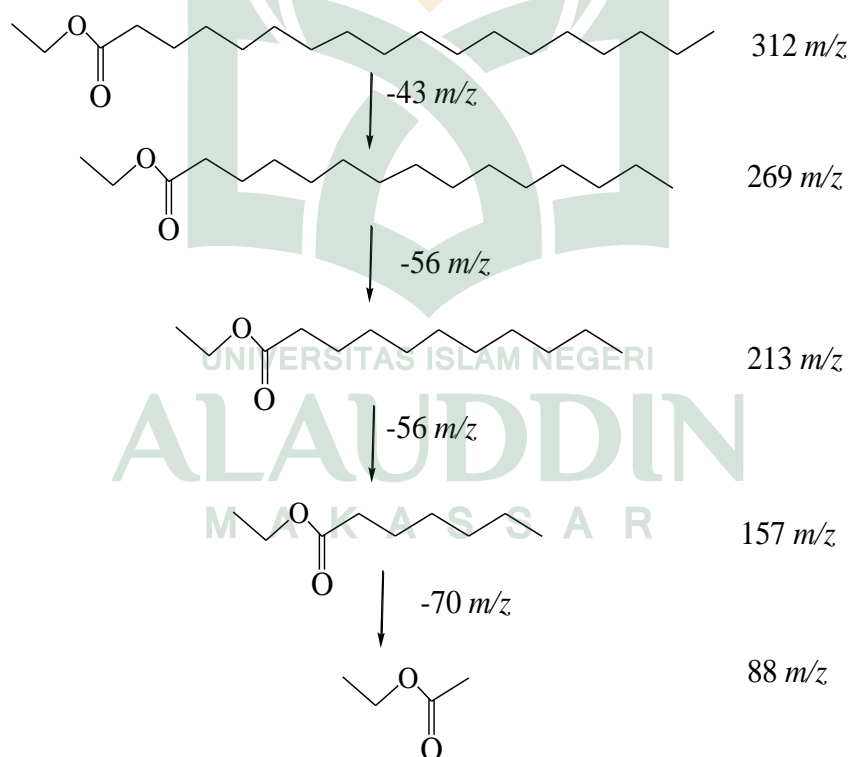


**Gambar. 4.3 Hasil Pelepasan Ion Molekul Etil Palmitat**



**Gambar.4.4 Fragmentasi Etil Stearat Hasil Identifikasi GCMS.**

Hasil fragmentasi komponen yang dianalisis merupakan senyawa yang memiliki rumus molekul  $C_{20}H_{40}O_2$ . Pola fragmentasi dengan puncak ion molekul  $m/z$  312. Berdasarkan pola fragmentasinya puncak ion  $m/z$  312 menunjukkan berat molekul dari etil stearat. Ion molekul tersebut mengalami penguraian dengan melepas molekul  $C_3H_7$  sehingga menghasilkan puncak pada  $m/z$  269 yang memiliki selisih sebesar 43. Kemudian melepas  $C_4H_8$  hingga menghasilkan puncak pada  $m/z$  213 merupakan puncak ion molekul M-56 lalu melepas lagi  $C_4H_8$  yang menghasilkan  $m/z$  157. Selanjutnya melepas  $C_5H_{10}$ . Fragmentasi ion molekul, dapat dilihat pada Gambar 4.5 struktur di bawah ini:



**Gambar.4.5 Hasil Pelepasan Ion Molekul Etil Stearat.**

#### 4. Analisis Sifat Fisik

Biodiesel hasil transesterifikasi selanjutnya dianalisis untuk mengetahui sifat dari biodiesel tersebut. Hasil analisis kemudian dibandingkan dengan standar yang sudah ditetapkan baik SNI atau ASTM. Analisis yang dilakukan meliputi densitas, viskositas dan titik nyala.

##### a. Penentuan Densitas

Biodiesel memiliki nilai densitas yang lebih tinggi dari bahan bakar fosil. Massa jenis biodiesel dari minyak dedak padi hasil analisis pada waktu reaksi 45 menit  $0,850 \text{ g/cm}^3$ , waktu reaksi 60 menit  $0,843 \text{ g/cm}^3$  dan waktu reaksi 75 menit sebesar  $0,858 \text{ g/cm}^3$ . Hasil penelitian Mardia, dkk., (2006) yang memperoleh nilai densitas biodiesel dari minyak dedak padi sebesar  $0,89 \text{ g/cm}^3$ . Nilai ini memenuhi SNI yaitu  $850\text{-}890 \text{ kg/m}^3$ . Perbedaan densitas dipengaruhi oleh komposisi asam lemak dan kemurnian bahan baku. Densitas akan meningkat seiring dengan penurunan panjang rantai karbon dan peningkatan jumlah ikatan rangkap pada asam lemak. Semakin tidak jenuh minyak yang digunakan maka densitas akan semakin tinggi.

##### b. Penentuan Viskositas

Viskositas biodiesel dari minyak dedak padi hasil analisis pada suhu  $40^\circ\text{C}$  dan pada waktu reaksi masing-masing 45 menit, 60 menit dan 75 menit adalah 1,9 ; 1,97 dan 1,9 p. Hasil yang diperoleh sesuai dengan hasil dari uji SNI yaitu 1,9 – 6,0 pada suhu  $40^\circ\text{C}$ .

##### c. Penentuan Titik Nyala

Titik nyala adalah suhu terendah ketika campuran bahan bakar dan udara dapat terbakar. Uji titik nyala menurut yang dilakukan dengan metode ASTM D



93 memiliki batas nilai titik nyala minimum 100°C, dimana dalam penelitian ini titik nyala dari biodiesel yang dihasilkan adalah untuk waktu reaksi 45 menit sebesar 168°C, waktu reaksi 60 menit sebesar 146°C dan waktu reaksi 75 menit sebesar 150°C. Tingginya titik nyala produk yang dihasilkan juga menandakan bahwa etanol sisa reaksi yang tertinggal hanya sedikit, etanol dalam jumlah yang cukup banyak dalam biodiesel akan menurunkan titik nyala. Titik nyala dari produk yang didapatkan sudah memenuhi standar dari biodiesel yaitu minimal 100°C.

Allah Swt berfirman dalam Al-Qur'an tentang sikap ramah lingkungan yang dianjurkan oleh agama Islam kepada manusia agar manusia menjadi perilaku aktif dalam mengolah lingkungan serta melestarikannya yang terdapat dalam surah Ar-Ruum ayat 9:

لَوْلَمْ يَسِيرُوا فِي الْأَرْضِ فَانظُرُوا كَيْفَ كَانَ عَاقِبَةُ الَّذِينَ مِن قَبْلِهِمْ كَلْنُوا أَشَدَّ مِنْهُمْ قُوَّةً وَأَثَارُوا الْأَرْضَ وَعَمَرُوهَا أَكْثَرَ مِمَّا عَمَرُوهَا وَجَاءَتْهُمْ رُسُلُهُم بِالْبَيِّنَاتِ فَمَا كَانَ اللَّهُ لِيَظْلِمَهُمْ وَلَكِن كَانُوا أَنفُسَهُمْ يَظْلِمُونَ ﴿٩﴾

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI

Terjemahnya:

“Dan tidakkah mereka tidak berjalan di bumi lalu melihat bagaimana akibat (yang diderita) oleh orang-orang sebelum mereka? orang-orang itu lebihkuat dari mereka (sendiri) dan mereka telah mengolah bumi (tanah) serta memakmurkannya melebihi apa yang telah mereka makmurkan. Dan telah datang kepada mereka Rasul-rasul mereka dengan membawa bukti-bukti yang jelas. Maka Allah sama sekali-kali berlaku zalim kepada mereka, tetapi merekalah yang berlaku zalim kepada mereka sendiri” (Kementrian Agama RI, 2012: 405).

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **A. Kesimpulan**

Berdasarkan rumusan masalah, maka dapat disimpulkan:

1. Nilai konversi produk biodiesel untuk variasi waktu 45, 60 dan 75 menit ialah 49,23%; 70,55% dan 52,04%.
2. Berdasarkan fragmentasi GCMS komponen-komponen yang diperoleh dari produk biodiesel ialah etil palmitat, etil linoleat, etil oleat dan etil stearate.
3. Konsentrasi dari masing-masing komponen untuk variasi waktu 45, 60 dan 75 menit kadar komponen etil palmitat berturut-turut 13,83%, 13,99% dan 13,91%. Kadar komponen etil linoleat sebesar 23,70%, 18,56% dan 17,10%. Kadar komponen etil oleat sebesar 43,86%, 44,30% dan 42,69% sedangkan kadar komponen etil stearate sebesar 17,53%, 15,24% dan 15,10%.
4. Densitas yang diperoleh dari produk biodiesel untuk waktu rekasi 45, 60 dan 75 menit ialah 0,850; 0,843 dan 0,858 g/cm<sup>3</sup> dan viskositas produk biodiesel untuk waktu rekasi 45, 60 dan 75 menit ialah 1,9 ; 1,97 dan 1,9 p. sedangkan titik nyala untuk waktu reaksi 45 menit sebesar 168°C, waktu reaksi 60 menit sebesar 146°C dan waktu reaksi 75 menit sebesar 150°C.

#### **B. Saran**

Saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya sebaiknya hasil dari produk biodiesel dapat diuji lebihlanjut diantaranya penentuan uji gliserol bebas, gliserol total, angka iodium dan uji yang dapat memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI).

## DAFTAR PUSTAKA

Al-Qur'an al-Karim.

Al-Mubarak, Syaikh Shafiyyur. *Al-Mishbaahul Munir Fii Tahdziibi Tafsiiri Ibnu Katsiir Jilid 6 dan 8*. Bogor; Pustaka Ibnu Katsir, 2006.

Bresnick, Stephen. *The Essence of Organic Cemistry*. terj. Hadian Kotong. Inti Sari Kimia Organik. Jakarta: Hipokrates, 2003.

DBAE, Departemen of Biological and Agricultural Engineering. *Biodiesel Tech Notes*. University of Idaho, 2012.

Dharsono, Wulandari dan Y. Saptiana Oktari. "Proses Pembuatan Biodiesel dari Dedak dan Metanol dengan Esterifikasi In Situ" *Skripsi*, Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro. Semarang: 2010.

Gerpen, J. Van dkk. *Biodiesel Analytical Methods*. New York: NREL, 2004.

Gould, Edwin S. *Mechanism and Structure in Organik Chemistry*. New York, 1959.

Haas, Michael J. "Improving the Economics of Biodiesel Production Through the Use of Low Value lipids as Feedstocks: Vegetable Oil Soapstock" *Fuel Process Technol* 86 (2005): h.1087-1096.

Hikmah, Mharani Nurul dan Zuliyana. "Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol dengan Proses Asterifikasi dan Transesterifikasi" *Skripsi Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro*, Semarang, 2010.

Kementrian Agama RI. *Al-Qur'an Transliterasi Per Kata dan Terjemah Per Kata*. Bekasi, Jawa Barat: Cipta Bagus Segara, 2012.

KPKP, Kementrian Pertanian, Kehutanan dan Perikanan. *Buku Panduan Biomassa Asia*. Japan: The Japan institute of Energy, 2008.

Knothe, Gerhard, dkk. *The Biodiesel Handbook*. New York. AOCS Press, 2005.

Manurung, Renita "Transesterifikasi Minyak Nabati" *Jurnal Teknologi Proses* 5(1) Januari 2006: h. 47-32.

Manurung, Renita "Kinetika Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit menjadi Etil Ester (Biodiesel)" *Jurnal Teknologi Proses* 6(1) Januari 2007: h. 39-44.

Mardiah, dkk "Pengaruh Asam lemak dan Konsentrasi Katalis Asam Terhadap karakteristik dan Konversi Biodiesel pada Transesterifikasi Minyak Mentah Dedak Padi" *Jurnal Teknik Kimia* 2006: h. 1-10.

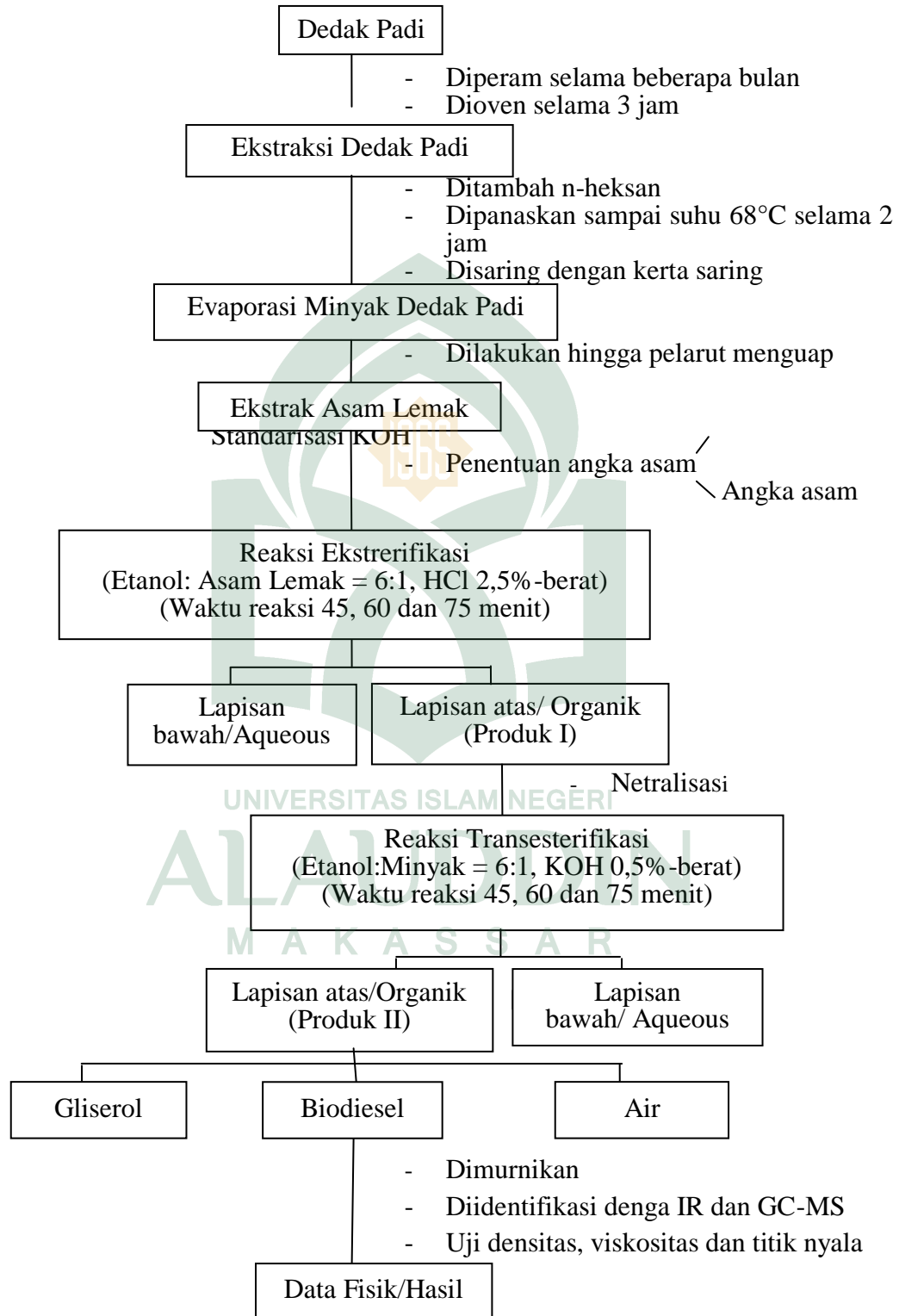
- Nasir, Subriyer, dkk. "Ekstraksi Dedak Padi menjadi Minyak Mentah Dedak Padi (*Crude Rice Bran Oil*) dengan Pelarut *N-Hexane* dan *Ethanol*" *Jurnal Teknik Kimia* 16, no. 2 April 2009: h. 1-10.
- Natsir, Hasnah. *Kimia Organik*. Makassar: UPT-MKU Unhas, 2013.
- Özgül, Sevil, Selma Türkay. "In Situ Esterification of Rice Bran Oil with Methanol and Ethanol" *Journal American Oil and Chemical Society* 70, no. 2 Februari 1993: h. 145-147.
- Permen ESDM No. 32 Tahun 2008 Tentang Penyediaan, Pemanfaatan dan Tata Niaga Bahan Bakar Nabati (Biofuel) sebagai Bahan Bakar Lain.
- Perpres No. 5 Tahun 2006 Tentang Kebijakan Energi.
- Prihandana, Rama, dkk. *Menghasilkan Biodiesel Murah: Mengatasi Polasi dan Kelangkaan BBM*. Jakarta: Agromedia Pustaka, 2006.
- Putrawan, I.D.G.A., Tatang Hernas Soerawidjaja. "Stabilisasi Dedak Padi Melalui pemasakan Ekstrusif" *Jurnal Teknik Kimia Indonesia* 6, no. 3 Desember 2007: h. 681-688.
- Putri, Sri Kembaryanti, dkk "Studi Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa (*Coconut Oil*) dengan Bantuan Gelombang Ultrasonik" *Jurnal Rekayasa Proses* 6 No. 1 (2012): h. 20-25.
- Rachmaniah, Orchidea. "Studi Kinetika Transesterifikasi dengan Katalis Asam (HCl) Minyak Mentah Dedak Padi menjadi Biodiesel" *Jurnal Teknik Kimia*: h. 1-8.
- Rahmaniah, Orchidea. "The effect of Substrate Types to FAME Conversion on Acid-Catalyzed Transesterification of Crude Rice Bran Oil" *IPTEK, The Journal for Technology and Science* 18, no. 3, Agustus 2007: h. 71-77.
- Sadewo, Hasmo. "Analisis Kebijakan Mandatory Pemanfaatan Biodiesel di Indonesia" *Tesis*, Fakultas Ekonomi Universitas Indonesia. Jakarta: 2012.
- Sari, Annas Puspita. "Kinetika Reaksi Esterifikasi pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Dedak padi" *Jurnal teknik Kimia*: (2010): h. 1-5.
- Schuchardt, Ulf; Ricardo Shercheli dan Rogerio Matheus Vargas. "Transesterification of Vegetable Oils: a Review" *J. Braz. Chem. Soc* 9, no. 1 (1998): h. 199-210.
- Shahib, M. Quraish. *Tafsir Al-Misbah Volume 4*. Jakarta: Lentera Hati, 2002.
- Supratman, Unang. *Elusidasi Struktur Senyawa Organik*. Jatinangor, 2006.
- Tahira, R. "Characterization of Rice Bran Oil" *Agricultural Research* (2007): h. 1.

Warta. "Mengolah Dedak menjadi Minyak (Rice Bran Oil)" *Penelitian dan Pengembangan Pertanian* 29, no.4, 2007.

Widyanti, Sri Mulyani. "Kajian Penggunaan Dimetil Sulfat pada Proses Pembuatan Biodiesel dari Stearin Minyak Sawit dengan Katalis Kalium Karbonat" *Proposal Penelitian*, Jurusan Teknik Agroindustri Fakultas Pertanian Universitas Lampung. Bandar Lampung: 2011.

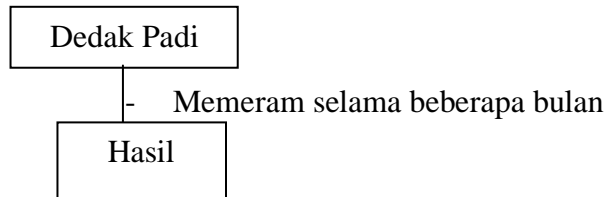


### Lampiran 1. Bagan Alir Penelitian

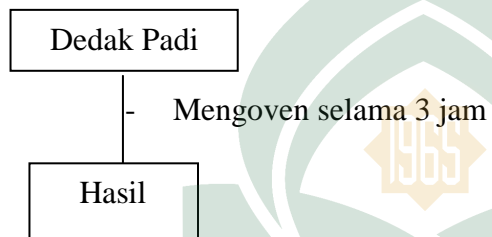


## Lampiran 2. Bagan Prosedur Kerja

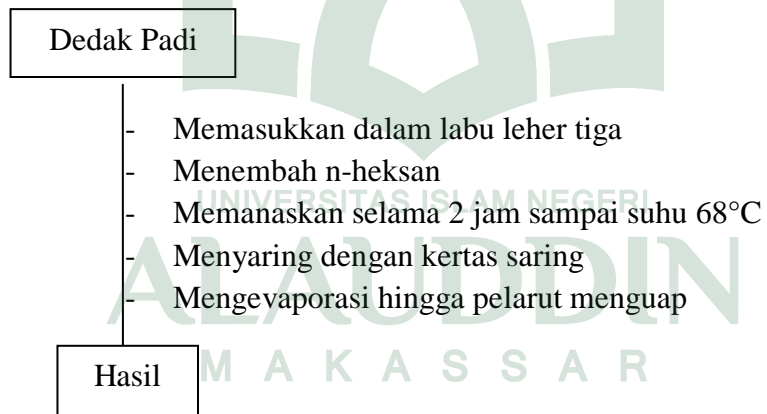
### 1. Pemeraman Dedak Padi



### 2. Mengoven Dedak Padi

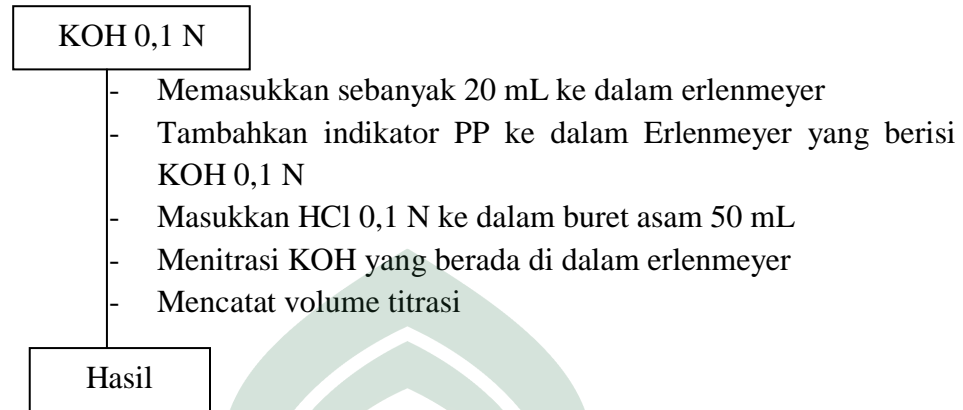


### 3. Ekastraksi

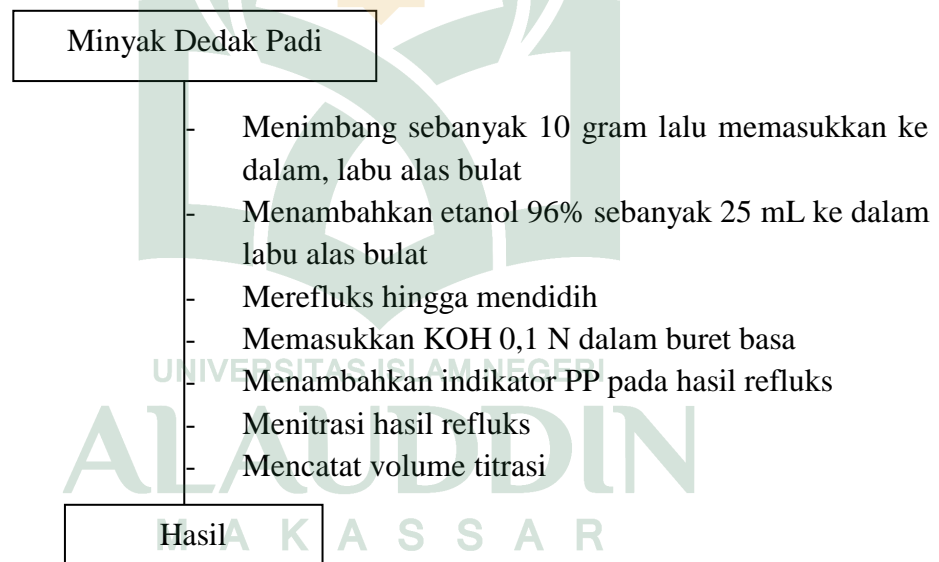


#### 4. Analisis Bilangan Asam

##### a. Standarisasi KOH

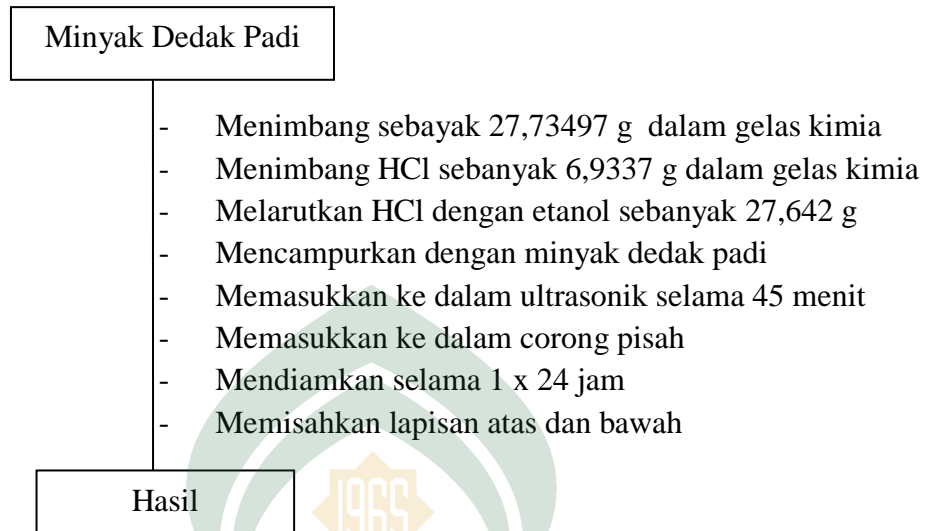


##### b. Angka Asam

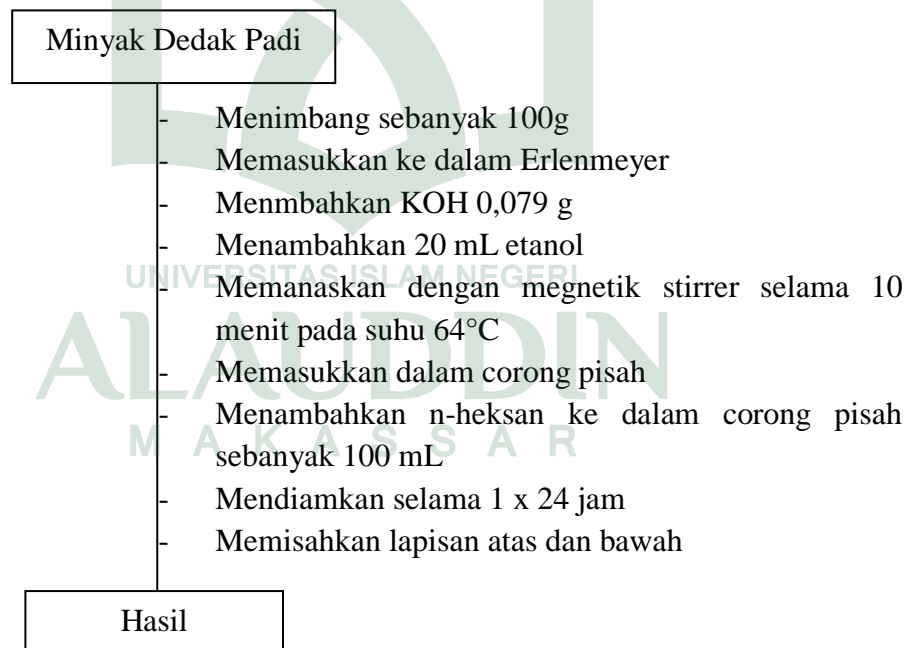




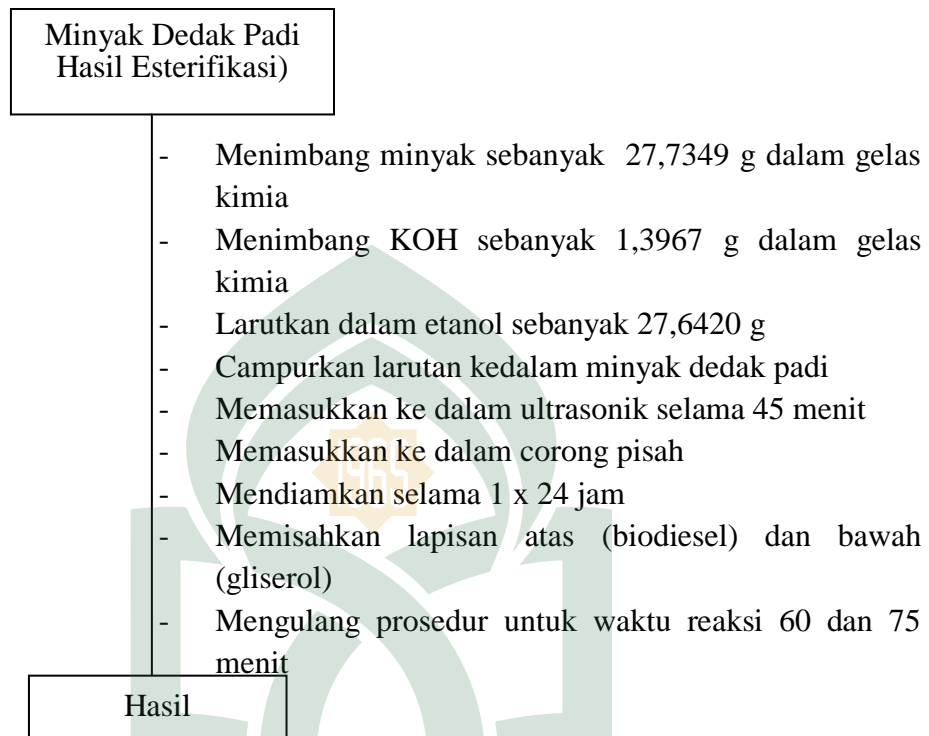
## 5. Esterifikasi



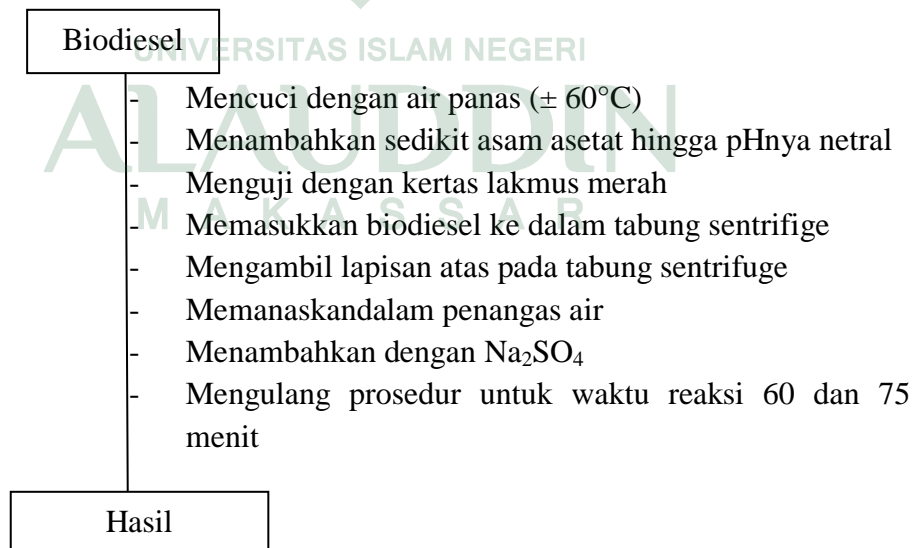
## 6. Netralisasi



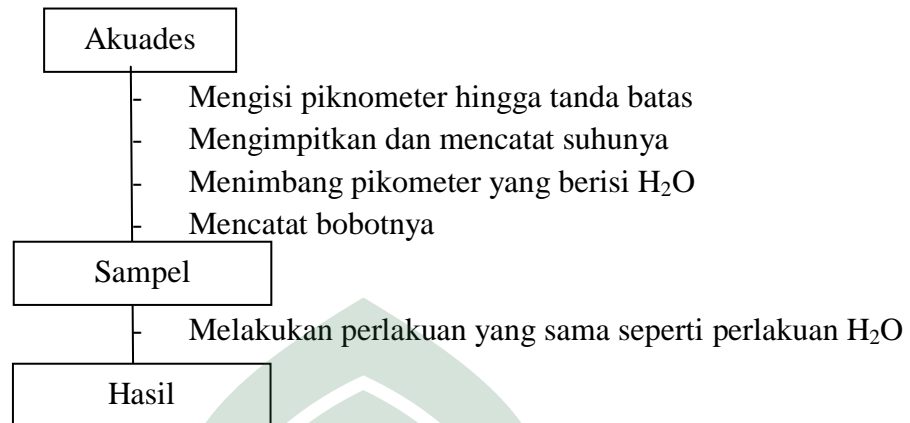
## 7. Pembuatan Biodiesel/ Transesterifikasi



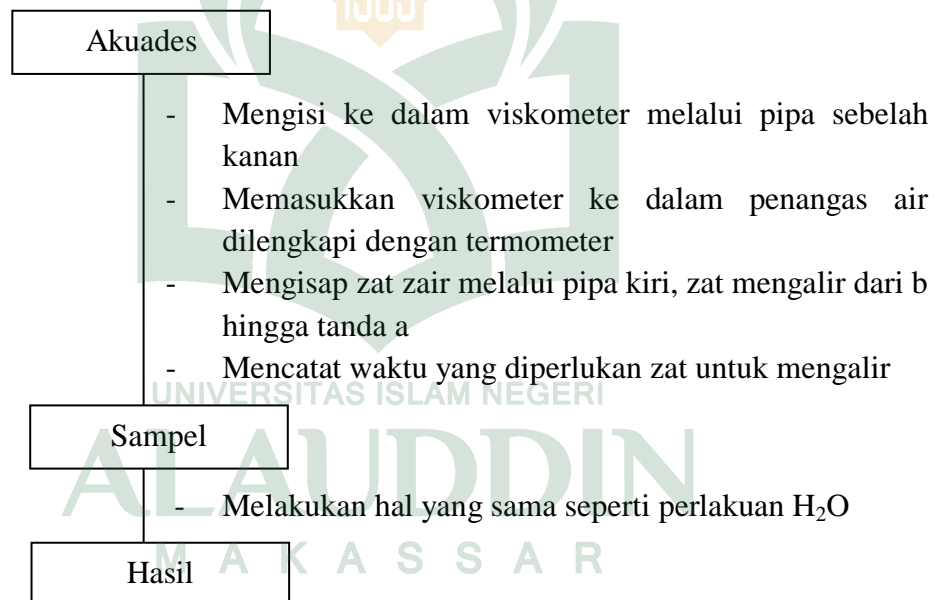
## 8. Pemurnian Biodiesel



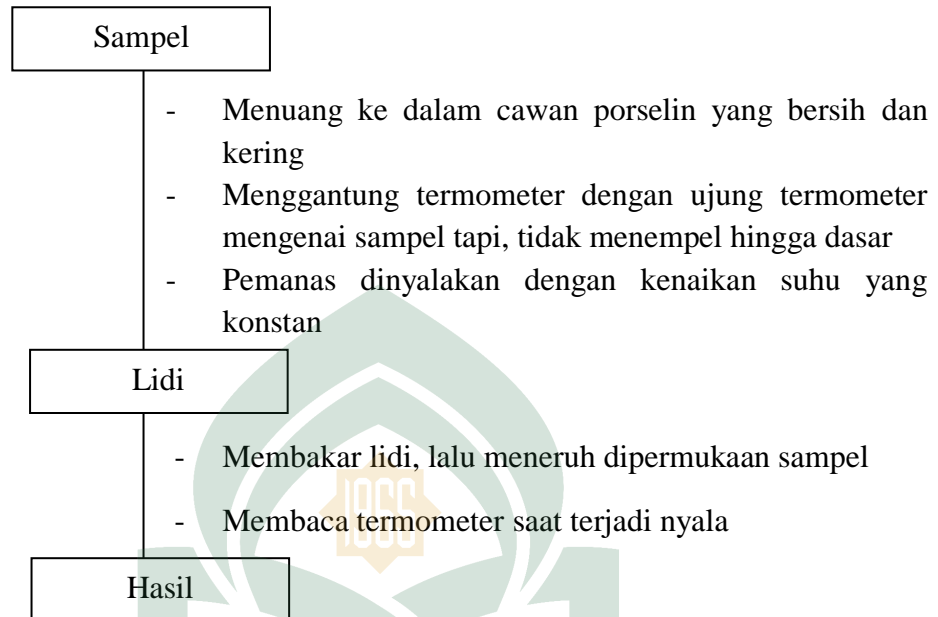
### 9. Penentuan Kerapatan dan Bobot Jenis



### 10. Penentuan Viskositas



### 11. Uji Titik Nyala



### Lampiran 3. Perhitungan

#### 1. Pembuatan KOH 0,1 N dalam 100 mL

$$N_{\text{KOH}} = 0,1 \text{ N}$$

$$V_{\text{KOH}} = 100 \text{ mL} = 0,1 \text{ L}$$

$$Mr_{\text{KOH}} = 56,1056 \text{ g/mol}$$

$$m = Mr \times V \times N$$

$$= 56,1056 \text{ g/mol} \times 0,1 \text{ L} \times 0,1 \text{ N}$$

$$= 0,56106 \text{ g}$$

#### 2. Pembuatan HCl 0,1 N dalam 100 mL

$$N_2_{\text{HCl}} = 0,1 \text{ N}$$

$$V_2_{\text{HCl}} = 100 \text{ mL}$$

$$Mr_{\text{HCl}} = 37 \text{ g/mol}$$

$$BST = \frac{Mr}{\text{Valensi}} = \frac{37}{1} = 37$$

$$N_1 = \% \text{ BJ} \times \frac{1000}{BST}$$

$$= 37\% \times 1,18 \frac{\text{g}}{\text{cm}} \times \frac{1000}{37}$$

$$= 11,8 \text{ N}$$

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$11,8 \text{ N} \times V_1 = 0,1 \text{ N} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,1 \text{ N} \times 100 \text{ mL}}{11,8 \text{ N}}$$

$$= 0,84746 \text{ mL}$$

$$= 1 \text{ mL}$$

### 3. Penentuan Mr Minyak Dedak Padi

Mr minyak dedak padi = Mr total asam lemak

- a. Mr Asam miristat ( $C_{13}H_{27}COOH$ )

$$\begin{aligned} \text{Kadar} &= 228,37 \text{ g/mol} \times \frac{0,3366}{100} \\ &= 0,76869 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

- b. Mr Asam palmitat ( $C_{15}H_{31}COOH$ )

$$\begin{aligned} \text{Kadar} &= 256,42 \text{ g/mol} \times \frac{17,2096}{100} \\ &= 44,12886 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

- c. Mr Asam stearat ( $C_{17}H_{35}COOH$ )

$$\begin{aligned} \text{Kadar} &= 284,48 \text{ g/mol} \times \frac{1,7112}{100} \\ &= 4,86802 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

- d. Mr Asam oleat ( $C_{17}H_{33}COOH$ )

$$\begin{aligned} \text{Kadar} &= 282,46 \text{ g/mol} \times \frac{45,7510}{100} \\ &= 129,22892 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

- e. Mr Asam linoleat ( $C_{17}H_{31}COOH$ )

$$\begin{aligned} \text{Kadar} &= 280 \text{ g/mol} \times \frac{33,4208}{100} \\ &= 93,57824 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

- f. Mr Asam linolenat ( $C_{17}H_{29}COOH$ )

$$\begin{aligned} \text{Kadar} &= 280 \text{ g/mol} \times \frac{0,3645}{100} \\ &= 1,01331 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

g. Mr Asam arakidat( $C_{19}H_{39}COOH$ )

$$\text{Kadar} = 312 \text{ g/mol} \times \frac{1,2063}{100}$$

$$= 3,76366 \text{ g/mol}$$

Mr minyak dedak padi = Mr total asam lemak

$$= 277,3497 \text{ g/mol}$$

#### 4. Penentuan bobot untuk reaksi transesterifikasi

a. Minyak

$$n = \frac{g}{Mr}$$

$$0,1 \text{ mol} = \frac{g}{277,3497 \text{ g/mol}}$$

$$g = 27,73497 \text{ gram}$$

b. Etanol

$$n = \frac{g}{Mr}$$

$$0,6 \text{ mol} = \frac{g}{46,07 \text{ g/mol}}$$

$$g = 27,642 \text{ gram}$$

c. HCl 2,5%

$$\text{bobot} = \frac{2,5}{100} \times \text{bobot minyak}$$

$$= \frac{0,5}{100} \times 277,3497 \text{ g}$$

$$= 6,93374 \text{ gram}$$

d. KOH 0,5%

$$\begin{aligned}\text{bobot} &= \frac{0,5}{100} \times \text{bobot minyak} \\ &= \frac{0,5}{100} \times 277,3497 \text{ g} \\ &= 1,38675 \text{ gram}\end{aligned}$$

## 5. Perhitungan Standarisasi KOH

Diketahui:

$$V_{\text{HCl}} = 13,6 \text{ mL (Simplo)} \quad N_{\text{KOH}} = 0,1 \text{ N (Simplo dan Duplo)}$$

$$V_{\text{HCl}} = 12,1 \text{ mL (Duplo)} \quad V_{\text{KOH}} = 20 \text{ mL (Simplo dan Duplo)}$$

Ditanya:

$$N_2 \text{ (Simplo dan Duplo)} = \dots ?$$

$$N_{\text{rata-rata}} = \dots ?$$

Penyelesaian:

$$\text{Simplo: } V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$13,6 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N} = 20 \text{ mL} \times N_2$$

$$N_2 = \frac{1,36 \text{ mL} \cdot \text{N}}{20 \text{ mL}}$$

$$N_2 = 0,068 \text{ N}$$

$$\text{Duplo: } V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$12,1 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N} = 20 \text{ mL} \times N_2$$

$$N_2 = \frac{1,21 \text{ mL} \cdot \text{N}}{20 \text{ mL}}$$

$$N_2 = 0,0605 \text{ N}$$

$$N_{\text{rata-rata}} = \frac{0,068 \text{ N} + 0,0605 \text{ N}}{2} = 0,06425 \text{ N}$$



## 6. Perhitungan Angka Asam

$$Aa = \frac{Mr\ KOH \times N\ KOH \times V\ KOH}{Bobot\ Minyak}$$

$$Aa = \frac{56,1 \frac{g}{grek} \times 0,06425 \frac{grek}{L} \times 2,2\ mL}{10,0006\ g}$$

$$Aa = \frac{\frac{56,1 \times 1000\ mg}{1000\ mg\ grek} \times \frac{0,06425 \times 1000\ mg\ grek}{1000\ mL} \times 2,2\ mL}{10,0006\ g}$$

$$Aa = 0,79293\ mg\ KOH/g\ Minyak$$

$$Gram\ KOH = \frac{0,79293\ mg}{1000\ mg} \times 100\ gr$$

$$Gram\ KOH = 0,079\ g$$

## 7. Presentase Biodiesel

### a. Biodiesel Waktu Reaksi 45 Menit

$$\%Biodiesel = \frac{Bobot\ Biodiesel}{Bobot\ Minyak} \times 100\%$$

$$\%Biodiesel = \frac{13,6539\ g}{27,7349\ g} \times 100\%$$

$$\%Biodiesel = 49,23003\%$$

### b. Biodiesel Waktu Reaksi 60 Menit

$$\%Biodiesel = \frac{Bobot\ Biodiesel}{Bobot\ Minyak} \times 100\%$$

$$\%Biodiesel = \frac{19,5659\ g}{27,7349\ g} \times 100\%$$

$$\%Biodiesel = 70,54614\%$$

c. Biodiesel Waktu Reaksi 75 Menit

$$\% \text{Biodiesel} = \frac{\text{Bobot Biodiesel}}{\text{Bobot Minyak}} \times 100\%$$

$$\% \text{Biodiesel} = \frac{14,4319 \text{ g}}{27,7349 \text{ g}} \times 100\%$$

$$\% \text{Biodiesel} = 52,03516\%$$

## 8. Perhitungan Densitas

a. Penentuan densitas biodiesel 45 menit

$$\text{Bobot piknometer + air (b)} = 24,1548 \text{ g}$$

$$\text{Bobot pikno kosong (a)} = 14,2968 \text{ g}$$

$$\text{Bobot air} = (b-a) \text{ g}$$

$$= 24,1548 \text{ g} - 14,2968 \text{ g}$$

$$= 9,86 \text{ g}$$

$$\text{Bobot piknometer + biodiesel(c)} = 22,6424 \text{ g}$$

$$\text{Bobot piknometer kosong (a)} = 14,2823 \text{ g}$$

$$\text{Bobot biodiesel} = (c-a) \text{ g}$$

$$= 22,6424 \text{ g} - 14,2823 \text{ g}$$

$$= 8,4 \text{ g}$$

$$Sg^t = \frac{(c-a)g}{(b-a)g} = \frac{8,4 \text{ g}}{9,86 \text{ g}} = 0,85193$$

$$d_4^t = Sg^t \times d_{aq}^t$$

$$= 0,85193 \times 0,9970 \text{ g/cm}^3$$

$$= 0,850 \text{ g/cm}^3$$

## b. Penentuan densitas biodiesel 60 menit

$$\text{Bobot piknometer + air (b)} = 21,1392 \text{ g}$$

$$\text{Bobot pikno kosong (a)} = 11,0088 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{Bobot air} &= (b-a) \text{ g} \\ &= 21,1392 \text{ g} - 11,0088 \text{ g} \\ &= 10,1304 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{Bobot piknometer + biodiesel(c)} = 19,4366 \text{ g}$$

$$\text{Bobot piknometer kosong (a)} = 11,0089 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{Bobot biodiesel} &= (c-a) \text{ g} \\ &= 19,4366 \text{ g} - 11,0089 \text{ g} \\ &= 8,4278 \text{ g} \end{aligned}$$

$$Sg^t = \frac{(c-a)g}{(b-a)g} = \frac{8,4278 \text{ g}}{10,1304 \text{ g}} = 0,83193$$

$$\begin{aligned} d_4^t &= Sg^t \times d_{aq}^t \\ &= 0,83193 \times 0,9970 \text{ g/cm}^3 \\ &= 0,843 \text{ g/cm}^3 \end{aligned}$$

## c. Penentuan densitas biodiesel 75 menit

$$\text{Bobot piknometer + air (b)} = 24,1600 \text{ g}$$

$$\text{Bobot pikno kosong (a)} = 14,2834 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{Bobot air} &= (b-a) \text{ g} \\ &= 24,1600 \text{ g} - 14,2834 \text{ g} \\ &= 9,8766 \text{ g} \end{aligned}$$

Bobot piknometer + biodiesel(c)= 229,6268 g

Bobot piknometer kosong (a) = 14,2829g

Bobot biodiesel = (c-a) g  
 = 229,6268 g - 14,2829g  
 = 8,3439 g

$$Sg^t = \frac{(c-a)g}{(b-a)g} = \frac{8,3439 g}{9,8766 g} = 0,84482$$

$$d_4^t = Sg^t \times d_{aq}^t$$

$$= 0,84482 \times 0,9970 \text{ g/cm}^3$$

$$= 0,858 \text{ g/cm}^3$$

## 9. Perhitungan Viskositas

a. Penentuan viskositas biodiesel 45 menit 40°C

$$\rho_{\text{air}} = 0,998 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_{\text{biodiesel}} = 0,850 \text{ g/cm}^3$$

$$\mu_{\text{biodiesel}} = \mu_{\text{air}} = 1,009 p \frac{0,998 \text{ g/cm}^3 \times 1,69s}{0,850 \text{ g/cm}^3 \times 1,06s}$$

$$\mu_{\text{biodiesel}} = \mu_{\text{air}} = 1,009 p \frac{1,68662}{0,901}$$

$$\mu_{\text{biodiesel}} = \mu_{\text{air}} = 1,009 p \times 1,87194$$

$$\mu_{\text{biodiesel}} = \mu_{\text{air}} = 1,9 p$$

b. Penentuan viskositas biodiesel 60 menit 40°C

$$\rho_{\text{air}} = 0,998 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_{\text{biodiesel}} = 0,843 \text{ g/cm}^3$$

$$\mu_{\text{biodiesel}} = \mu_{\text{air}} = 1,009 p \frac{0,998 \text{ g/cm}^3 \times 1,69s}{0,843 \text{ g/cm}^3 \times 1,03s}$$

$$\mu_{biodiesel} = \mu_{air} = 1,009 p \frac{1,68662}{0,86829}$$

$$\mu_{biodiesel} = \mu_{air} = 1,009 p \times 1,95459$$

$$\mu_{biodiesel} = \mu_{air} = 1,97p$$

c. Penentuan viskositas biodiesel 75 menit 40°C

$$\rho_{air} = 0,998 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_{biodiesel} = 0,858 \text{ g/cm}^3$$

$$\mu_{biodiesel} = \mu_{air} = 1,009 p \frac{0,998 \text{ g/cm}^3 \times 1,69s}{0,858 \text{ g/cm}^3 \times 1,06s}$$

$$\mu_{biodiesel} = \mu_{air} = 1,009 p \frac{1,68662}{0,90948}$$

$$\mu_{biodiesel} = \mu_{air} = 1,009 p \times 1,85449$$

$$\mu_{biodiesel} = \mu_{air} = 1,9p$$

**Lampiran 4. Tabel Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI-04-7182-2006**

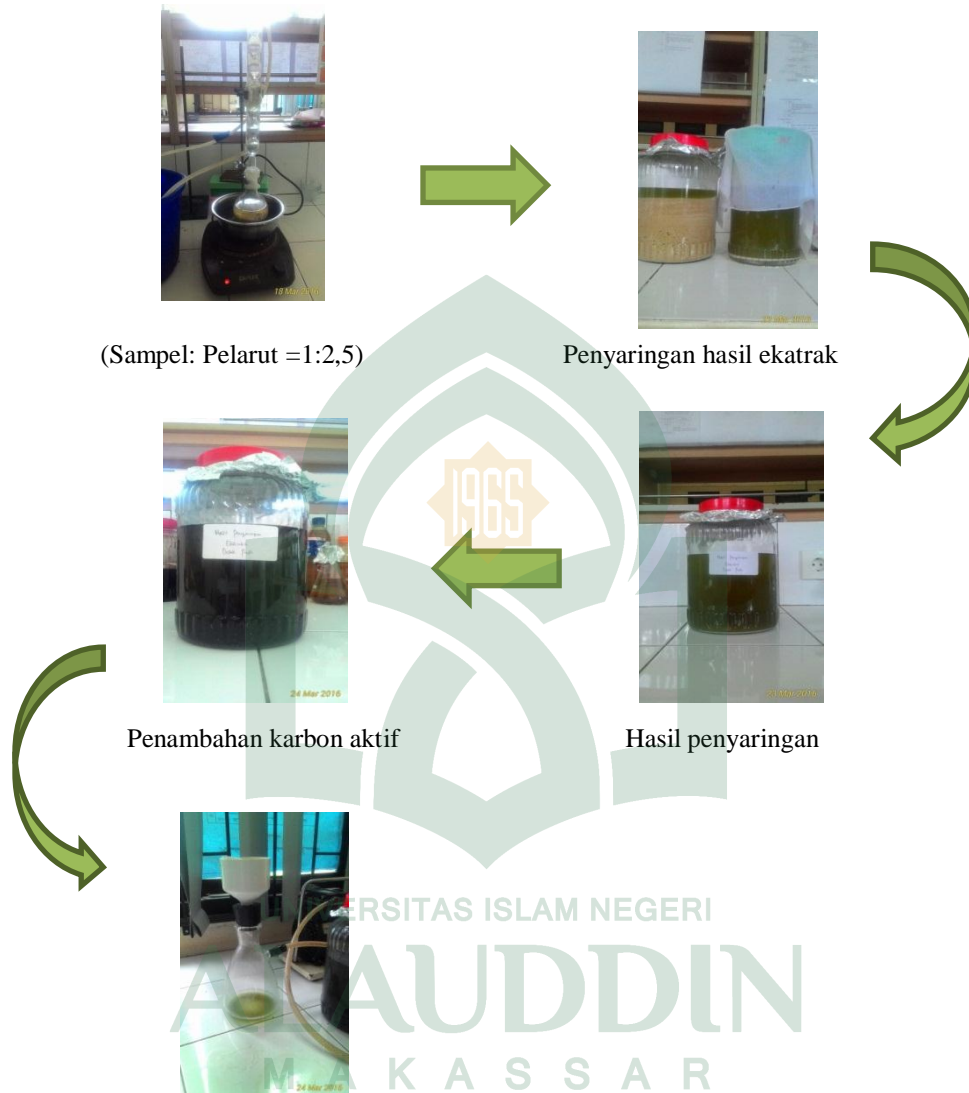
<b>Parameter dan satuannya</b>	<b>Batas nilai</b>	<b>Metode uji</b>	<b>Metode setara</b>
Massa jenis pada 40°C, kg/m <sup>3</sup>	850 - 890	ASTM D 1298	ISO 3675
Viskositas kinematik pada 40°C, mm <sup>2</sup> /s (cSt)	1,9 – 6,0	ASTM D 445	ISO 3104
Angka setana	Min 51	ASTM D 613	ISO 5165
Titik nyala (mangkok tertutup) 0C	Min 100	ASTM D 93	ISO 2710
Titik kabut, 0C	Maks 18	ASTM D 2500	-
Korosi bilah tembaga (3 jam, 50°C)	Maks no 3	ASTM D 130	ISO 2160
Residu karbon, %-berat, i. dalam contoh asli ii. dalam 10% ampas destilasi	Maks 0,05 (maks 0,03)	ASTM D 4530	ISO 10370
Air dan sedimen, %-vol	Maks 0,05	ASTM D 2709	-
Temperatur destilasi 90%, 0C	Maks 360	ASTM D 1160	-
Abu tersulfatkan, %-berat	Maks 0,02	ASTM D 874	ISO 3987
Belerang, ppm-b (mg/kg)	Maks 100	ASTM D 5453	PrEN ISO 20884
Fosfor, ppm-b (mg/kg)	maks 10	AOCS Ca 12-55	FBI-A05-03
Angka asam, mg-KOH/g	Maks 0,8	AOCS Cd 3-63	FBI-A01-03
Gliserol bebas, %-berat	Maks 0,02	AOCS Ca 14-56	FBI-A02-03
Gliserol total, %-berat	Maks 0,24	AOCS Ca 14-56	FBI-A02-03
Kadar ester alkil, %-berat	Min 96,5	Dihitung *)	FBI-A03-03
Angka iodium, g-I <sub>2</sub> / (100g)		AOCS Cd 1-25	FBI-A04-03
Uji Halphen	Negatif	AOCS Cd 1-25	FBI-A06-03

## Lampiran 5. Tahap pengerjaan Penelitian Sintesis Biodiesel

### Pemeraman Dedak Padi dan Penghilangan Kadar Air



### Proses Ekstraksi





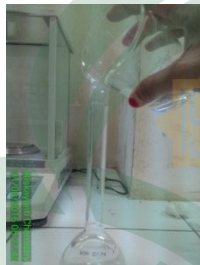
## Standarisasi KOH



Pembuatan HCl 0,1 N



Pembuatan KOH 0,1 N



HCl 0,1 N dan KOH 0,1 N



Penambahan KOH 20 mL



Penambahan PP dan titrasi



Hasil titrasi

## Penentuan Bilangan Asam

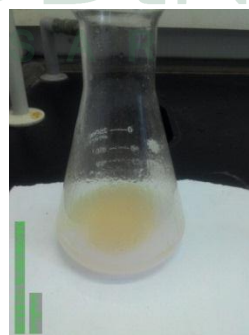


Penimbangan minyak 10 g



Pemanasan metode refluks

Penambahan etanol 96%



Penambahan PP

Hasil titrasi

## Esterifikasi Minyak Dedak Padi



Penimbangan HCl 2,5%; etanol 96% dan Minyak dedak padi



Pencampuran hasil penimbangan HCl 2,5%; etanol 96% dan Minyak dedak padi



Hasil pemisahan

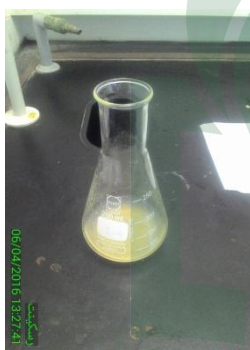


Proses pendidaman 1 x 24 jam

### Penentuan Bilangan Asam Hasil Esterifikasi



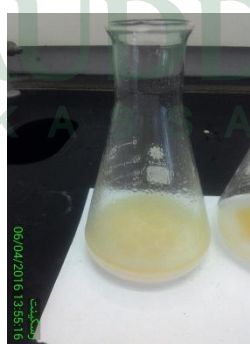
Proses pemanasan dengan metode refluks



Hasil pemanasan refluks



Penambahan PP



Hasil titrasi

## Netralisasi Minyak Dedak Padi



Penimbangan minyak 100 g, penambahan etanol dan KOH



Proses penguaan



Pencampuran dengan magnetic stirrer



Penambahan n-heksan dan mendiamkan 1 x 24 jam



## Transesterifikasi Minyak Dedak Padi



Hasil pemisahan netralisasi 1 x 24 jam



Penimbangan minyak, etanol dan KOH

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI

ALA UDDIN

M A K A S S A R



Pengadukan dengan reaktor ultrasonik



Mendiamkan terbentuk 2 fase



Hasil

### Proses Pemisahan dan Presentasi Bobot Biodiesel



Bobot kosong tabung sentrifuge



Proses sentrifuge



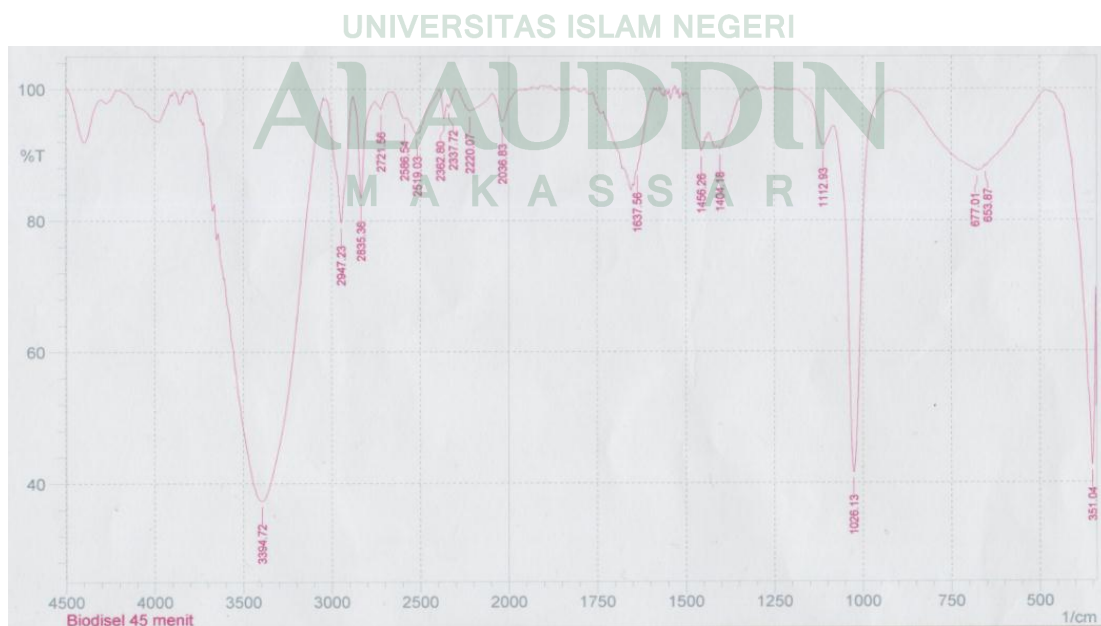
Bobot hasil sentrifuge

## Lampiran 6. Analisis Biodiesel dengan FTIR

### Alat Instrumen FTIR

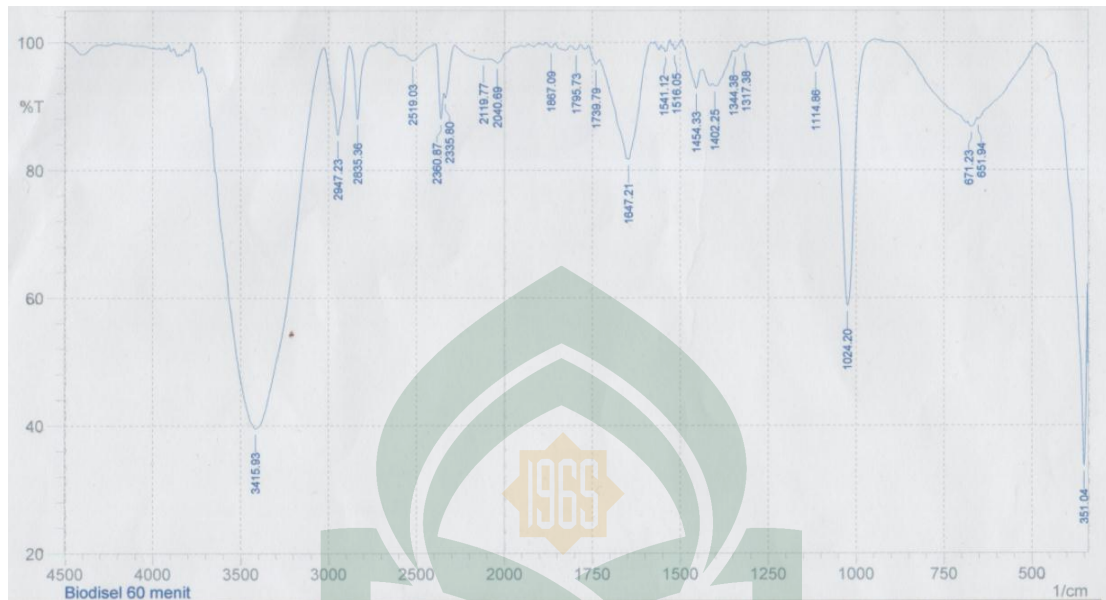


### Biodiesel 45 menit

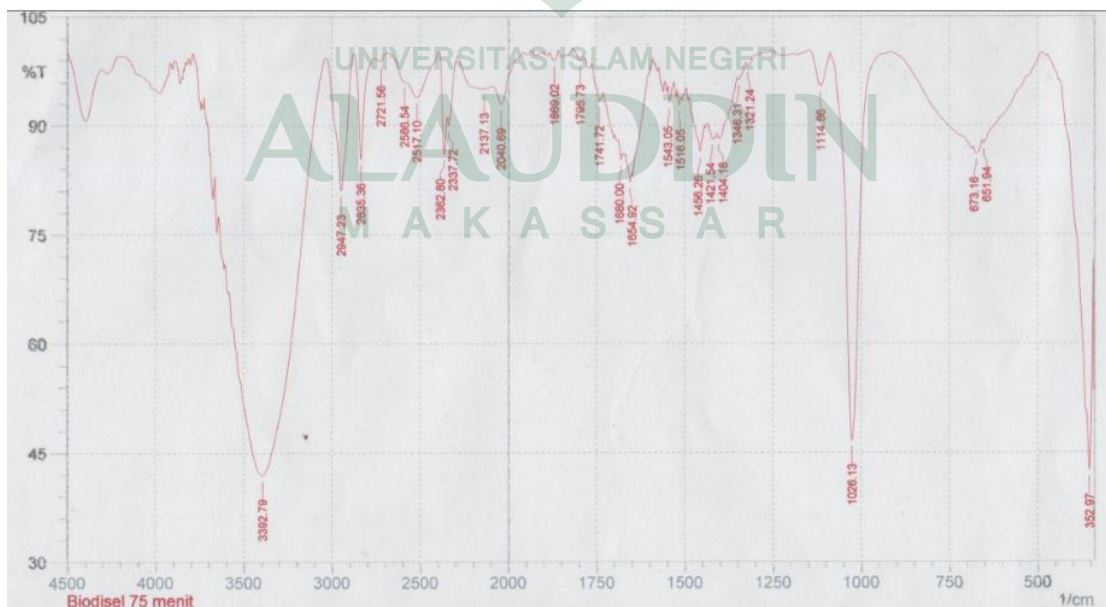




### Biodiesel 60 menit



### Biodiesel 75 menit



## Lampiran 7. Analisis Biodiesel dengan GCMS

### Alat Instrumen GCMS

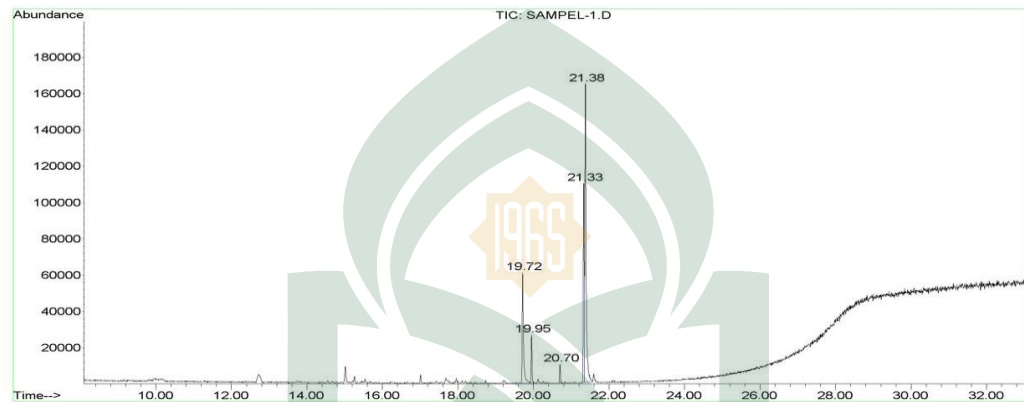


ALAUDDIN  
M A K A S S A R

## Lampiran 8. Kromatogram

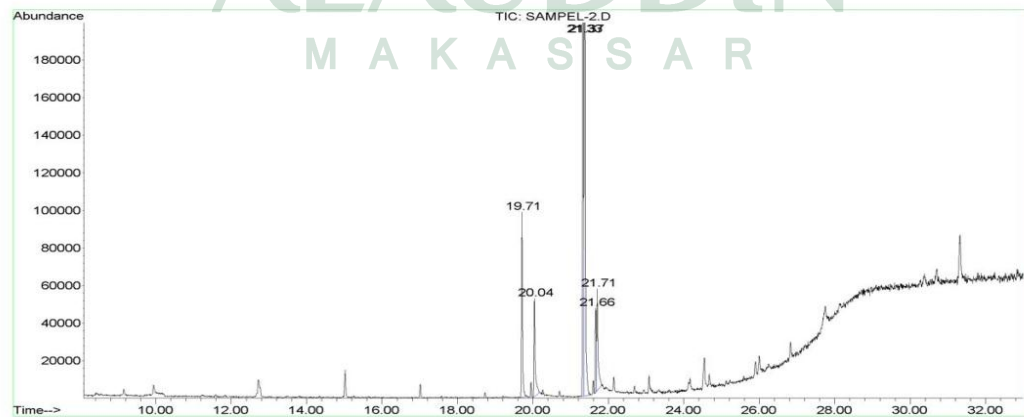
### Biodiesel 45 menit

File : C:\MSDCHEM\Tugas\Biodiesel\Biodiesel\Biodiesel-1.D  
Operator : RISKA  
Acquired : 21 May 2016 16:21 using AutoMethod SEPARATION.M  
Instrument : GCMSD  
Sample Name: SAMPLE-1  
Micro Info : BIODIESEL 45 MENIT  
Vial Number: 1



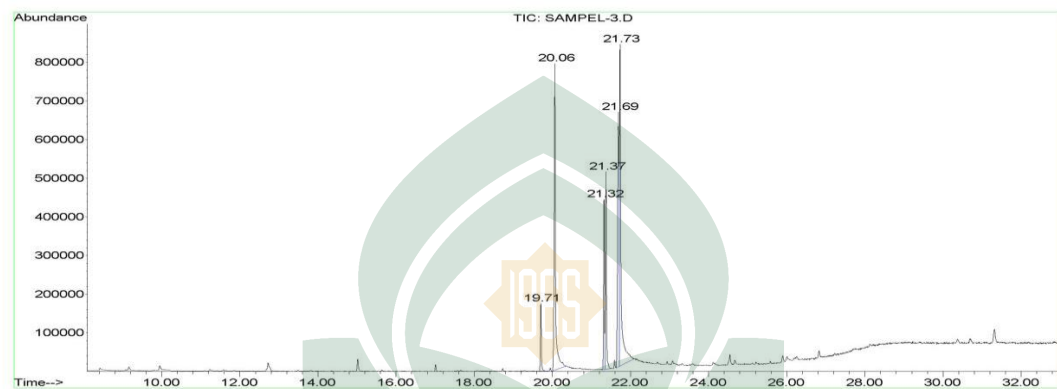
### Biodiesel 60 menit

File : C:\MSDCHEM\Tugas\Biodiesel\Biodiesel\Biodiesel-2.D  
Operator : RISKA  
Acquired : 21 May 2016 17:07 using AutoMethod SEPARATION.M  
Instrument : GCMSD  
Sample Name: SAMPLE-2  
Micro Info : BIODIESEL 60 MENIT  
Vial Number: 1



**Biodiesel 75 menit**

File: C:\MSDCHEM\TANPA\SAMPEL 3.D\TANPA\SAMPEL 3.D  
Operator: RIZKA  
Acquired: 21 May 2016 07:09 using Acquisition SEPARATION.M  
Sample Name: SAMPEL 3  
File Size: 1000000.00 MB  
Vial Number: 1



UNIVERSITAS ISLAM NEGERI  
**ALAUDDIN**  
M A K A S S A R

## Lampiran 9. Persen Volume Kromatogram

### Biodiesel 45 menit

#### Area Percent Report

Data Path : C:\MSDCHEM\1\data\SAMPEL RISKAL\  
 Data File : SAMPEL-1.D  
 Acq On : 21 May 2016 16:21  
 Operator : RISKAL  
 Sample : SAMPEL-1  
 Misc : BIODIESEL 45 MENIT  
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: EVENTS.E  
 Integrator: ChemStation

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\DEFAULT.M  
 Title :

Signal : TIC

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	19.718	1799	1810	1839	BV	59889	1417848	36.65%	18.409%
2	19.949	1839	1846	1859	VV 2	25908	427507	11.05%	5.551%
3	20.701	1953	1963	1975	BV 2	10099	164942	4.26%	2.142%
4	21.331	2044	2061	2064	BV 2	106764	1822676	47.11%	23.665%
5	21.376	2064	2068	2097	VV 2	161776	3868865	100.00%	50.233%

Sum of corrected areas: 7701838

DEFAULT.M Thu May 26 18:07:55 2016

DEFAULT.M Thu May 26 18:15:35 2016

### Biodiesel 60 menit

#### Area Percent Report

Data Path : C:\MSDCHEM\1\data\SAMPEL RISKAL\  
 Data File : SAMPEL-2.D  
 Acq On : 21 May 2016 17:02  
 Operator : RISKAL  
 Sample : SAMPEL-2  
 Misc : BIODIESEL 60 MENIT  
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: EVENTS.E  
 Integrator: ChemStation

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\DEFAULT.M  
 Title :

Signal : TIC

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	19.711	1802	1809	1830	BB	96449	1733940	23.63%	9.800%
2	20.039	1853	1860	1881	PB	52169	1216620	16.58%	6.876%
3	21.324	2052	2060	2064	BV	330033	5307214	72.32%	29.997%
4	21.376	2064	2068	2088	VV	384521	7338367	100.00%	41.477%
5	21.665	2107	2113	2116	BV 3	44251	794443	10.83%	4.490%
6	21.703	2116	2119	2137	VB 3	52099	1301954	17.74%	7.359%

Sum of corrected areas: 17692538

DEFAULT.M Thu May 26 18:15:35 2016

**Biodiesel 75 menit**

## Area Percent Report

Data Path : C:\MSDCHEM\1\data\SAMPEL RISKAL\  
 Data File : SAMPEL-3.D  
 Acq On : 21 May 2016 17:39  
 Operator : RISKAL  
 Sample : SAMPEL-3  
 Misc : BIODIESEL 75 MENIT  
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: EVENTS.E  
 Integrator: ChemStation

Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\DEFAULT.M  
 Title :

Signal : TIC

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	19.705	1802	1808	1823	BB	175585	2869111	12.28%	3.692%
2	20.065	1853	1864	1907	BB	792714	19346312	82.79%	24.894%
3	21.324	2052	2060	2064	BV	442491	7121004	30.47%	9.163%
4	21.376	2064	2068	2090	VB	502201	9051278	38.73%	11.647%
5	21.691	2107	2117	2120	PV	651591	15957491	68.29%	20.534%
6	21.735	2120	2124	2178	VB	834951	23368449	100.00%	30.070%

Sum of corrected areas: 77713645

DEFAULT.M Thu May 26 18:22:22 2016

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI  
**ALAUDDIN**  
 MAKASSAR

## Lampiran 10. Uji Karakteristik Biodiesel

### Uji Titik Nyala Biodiesel Minyak Dedak Padi



75 menit



60 menit



45 menit

### Uji Densitas Biodiesel Minyak Dedak Padi



Uji densitas biodiesel minyak dedak padi



### Uji Viskositas Biodiesel Minyak Dedak Padi



Uji piknometer biodiesel 45 menit



Uji piknometer biodiesel 60 menit



Uji piknometer biodiesel 75 menit



## RIWAYAT HIDUP



Penulis skripsi berjudul “**Sintesis Etil Ester dari Minyak Dedak Padi (*Oryza sativa*) menggunakan metode Ultrasonokimia**” bernama lengkap Riskayanti, lahir dikabupaten Bone, kecamatan Ajangale Sulawesi selatan tepatnya di Welado, 19 Maret 1994 merupakan anak ke 6 dari 7 bersaudara. Penulis lahir dari pasangan suami istri Bapak Muh. Tawil dan Ibu Daharna. Penulis memulai pendidikan formalnya tahun 1999 di TK Darul Istiqomah Pincengpute, MI Al-Falah Lemahabang lulus pada tahun 2000, MTs. Al-Falah Lemahabang lulus pada tahun 2006, SMA Negeri 1 Bone-Bone lulus pada tahun 2009. Penulis melanjutkan Pendidikan S1-nya tahun 2012 di UIN Alauddin Makassar melalui jalur SPMB PTAIN dengan mengambil Jurusan Sains Kimia hingga lulus pada tahun 2016 dengan gelar Sarjana Sains (S.Si) dengan IPK/Predikat 3,58/Sangat Memuaskan.